

United States Patent [19]
Eck

[11] Patent Number: **5,042,989**
[45] Date of Patent: **Aug. 27, 1991**

- [54] **PROCESS FOR PRODUCING LUMINESCENT DYESTUFFS FROM PLANT MATERIALS**
- [75] Inventor: **Gerhard Eck, Egelsbach, Fed. Rep. of Germany**
- [73] Assignee: **MASID Gesellschaft fur angewandte Umweltforschung oHG Eck, Runkel und Partner, Dreieich, Fed. Rep. of Germany**
- [21] Appl. No.: **515,681**
- [22] Filed: **Apr. 26, 1990**
- Related U.S. Application Data**
- [63] Continuation of Ser. No. 6,714, filed as PCT EP86/00309 on May 21, 1986, published as WO86/07080 on Dec. 4, 1986, abandoned.
- [30] **Foreign Application Priority Data**
- May 29, 1985 [DE] Fed. Rep. of Germany 3519142
- [51] Int. Cl.⁵ C09B 61/00; C09B 67/42
- [52] U.S. Cl. 8/438; 8/524;
8/594; 8/618
- [58] **Field of Search** 8/438
- [56] **References Cited**
- U.S. PATENT DOCUMENTS**
- | | | | | |
|-----------|---------|-----------------|-------|---------|
| 1,399,014 | 12/1921 | Hart | | 8/438 |
| 4,069,351 | 1/1978 | Yano et al. | | 426/650 |
| 4,136,065 | 1/1979 | Yano et al. | | 512/5 |
| 4,138,212 | 2/1979 | Stransky | | 8/438 |
| 4,156,077 | 5/1979 | Pifferi | | 8/438 |
| 4,302,200 | 11/1981 | Yokoyama et al. | | 8/438 |

4,358,286	11/1982	Grollier et al.	8/438
4,383,833	5/1983	Hofmann	8/438
4,400,400	8/1983	Langston et al.	8/438
4,481,226	11/1984	Crosby et al.	8/438
4,500,556	2/1985	Langston	8/438
4,666,498	5/1987	Muller	23/293 R

FOREIGN PATENT DOCUMENTS

1181079 2/1970 United Kingdom .
2117392 10/1983 United Kingdom .

OTHER PUBLICATIONS

Rosa Jadwiga (Chemical Abstracts, 1974, 81, (No. 3), 12025x).
Article—Chemical Abstracts, vol. 81, Jul. 11, 1974 (p. 222).
Article—Ullmanns Encyklopädie der Technischen Chemie, publisher: Verlag Chemie, Title/Copyright—pp. 99-101.

Primary Examiner—A. Lionel Clingman
Attorney, Agent, or Firm—Burns, Doane, Swecker & Mathis

ABSTRACT

Plant materials such as petals, leaves, fruits, are gathered, dried at a minimum temperature of 70° C., and pulverized so as to produce light-fast, lustrous dyestuffs. Subsequently, an acid or base substance is added. It is preferred that a pH value that corresponds to the pH value of the plant materials when fresh is set. A binding agent can be added subsequently.

22 Claims, No Drawings

PROCESS FOR PRODUCING LUMINESCENT DYESTUFFS FROM PLANT MATERIALS

This application is a continuation of application Ser. No. 07/006,714, filed as PCT EP86/00309 on May 21, 1986, published as WO86/07080 on Dec. 4, 1986, now abandoned.

BACKGROUND OF THE INVENTION

The present invention relates to a process for producing dyestuffs from parts of plants, such parts having been dried.

Many processes of this kind are known. It is common to all such processes that only certain dyestuff plants that are especially suitable can be used for this purpose, such plants being, in particular, dyer's furze, dyer's woad, dyer's esade, indigo, and redwood.

These plants have to be gathered very carefully, in keeping with a strict collection regimen, and only live and healthy specimens or parts thereof may be harvested. After careful drying, that takes place at a maximum temperature of 60° C., the dried plant parts are usually extracted and macerated, the dyestuff then being precipitated and dried. In most cases, the dyestuff has to be ground and mixed after the drying process.

The dyestuffs obtained by using known processes do not, with a few exceptions, such as alizarin and indigo, result in particularly lustrous colours. The dyestuffs so produced are not lasting, and can only be used for waterbased dyes.

The range of applications for dyestuffs produced by the known processes is especially restricted in that the colours are not, or are only slightly, fade-resistant. Because these production methods are very involved and time-consuming, starting with the collection regimen, the dyestuffs that are produced are very costly; the process are scarcely suitable for industrial applications.

The dyestuffs produced from parts of plants by the known processes are of limited use since they are not suitable for use on surfaces that are exposed to weathering, and also because they do not adhere to every base. This latter fact is also caused by the fact that they are not miscible with basic materials, and for this reason cannot be mixed with lime and other roughcast materials.

An object of the present invention is to provide a process of the type described in the introduction hereto, by means of which any, particularly lustrous, colours can be produced simply from parts of plants, without restriction to specific dyestuff plants, said colours being miscible with other colours, fade-resistant, and of extended durability.

DESCRIPTION OF THE PREFERRED EMBODIMENTS OF THE INVENTION

According to the present invention, there is provided a process comprising the following steps:

- a) drying the plant materials at a temperature of at least 70° C.;
- b) pulverizing the dried parts; and
- c) adjusting the pulverized plant parts to a pH value deviating from 7 in an aqueous solution.

The high drying temperatures of at least 70° C. mean that the dyestuffs in the plant materials are made fade-resistant. Although considerably high temperatures of, for example, 360° C. can be used, steps should be taken to ensure that the plant materials do not become brown or otherwise discoloured.

Even though the plant materials have only a dull colouration after being dried, this being attributable to the vegetable stabilizers they contain, lustrous and strong colours are obtained; this is effected by the subsequent step in the process, in which the pulverized plant materials are brought to an acid or base state. It is preferred that the pulverized plant materials be adjusted in an aqueous solution to the pH value at which the plant materials existed in the fresh state. By this means it is possible to retain all the colours that are found in the natural plant domain. It is preferred that a binding agent be added, since this makes it possible to achieve particularly lustrous colour tones. The dried, pulverized plant materials can be combined initially with an acidic or alkaline material in dry form and subsequently, optionally after storage, be mixed with a liquid required for forming the aqueous solution. Preferred embodiments of the invention are subject to further subclaims.

In contrast to known processes, in which only special plants or parts thereof have to be carefully harvested, it is preferred that only dead plants or parts thereof that the plant itself sheds, be gathered for the process according to the present invention; such parts can be petals, leaves, fruits, the peels of fruits, and the like. Thus, for example, the petals of rape (kolza) can be gathered by means of a vacuum apparatus in order to extract a yellow dyestuff once the plant has borne fruit and is fading. This means that the plants can reproduce without being damaged by the harvesting process and without having their growth or reproductive processes impaired.

An elaborate harvesting procedure that is governed by a special harvesting regimen is not necessary. Vacuum machines that break down, compress, squeeze or otherwise damage the material being harvested can be used, even if this causes discolouration. This means that large quantities of the required substances can be harvested on a rational basis.

Since changes in colouration during harvesting or thereafter are of no consequence, it is not necessary to complete the drying process rapidly, or to undertake any conservation measures if this is not possible.

The plant materials can be dried, preferably at 70°–80° C. or at even higher temperatures, directly in a suitable kiln; however, it is also possible to first dry them naturally and then kiln-dry them in a subsequent stage in the process.

Once dried, the plant materials are pulverized, for example, in mortar-type mills, beater mills, rotary strainer mills, abraders, or the like.

Next, an acid or base substance is added to ensure that the plant materials, which have assumed a dull colouration during the drying process, once more take on a lustrous colouration. It is preferred that the plant materials are once more brought to the pH value at which they were found when harvested.

To this end, citric acid, silicic acid or another organic acid is added to the ground plant materials. It is preferred that a binding agent be added next. The dyestuff so obtained now displays its original, lustrous colouration, which the plants displayed when fresh.

The pH value that is selected can have an important effect on the colour that is obtained from certain plant types. Thus, for example, it is possible to obtain blue dyestuff in that soda powder is added to dried and pulverized elderberries. If citric acid or another organic acid is used instead, a red dyestuff is obtained. The red or blue tones that are obtained are also dependent on the

drying temperature or drying times that are used. All the colour tones that are obtained are fade-resistant.

Plant ash can be used as the base material, white plant ash being preferred, and mixed with the pulverized plant materials.

Salts or borax can be added in order to protect the dyestuffs so obtained from pest attack (mold, spotting, insects, etc.).

Basically, any natural or artificial binding agents can be used. It is referred that non-toxic binding agents be used, in order that the dyestuffs that are obtained are also non-toxic.

The dyestuffs so obtained can be processed very simply in that the pulverized dyestuff is mixed with water. What is obtained is a liquid dyestuff that is amenable to application by spraying. Cellulose obtained from pulverized wood or a similar substance can be added as a thickening agent, in order to obtain a somewhat creamier substance that can be applied by brushing. This can then be used as a water colour or, if it has a suitable salt content, as an impregnating agent for woods, or as a glazing or transparent coating.

If sour milk is added, an opaque pigment is obtained, and at the same time the binding agent shifts the pH value into the acid range so that it becomes unnecessary to add other acidic substances. In diluted form, this dye can be used as a glazing or transparent coating. It is suitable for both interior and exterior use. If oil-varnish or another oil is used as a binding agent, an oil paint is obtained.

The dye can be mixed into powdered chalk, for example, molded and then dried in order to obtain coloured chalks or pastel colours. The dyes can also be stirred into liquid wax in order to obtain wax crayons or coloured modelling wax.

In order to obtain dyes for cosmetics, the dyestuff may be mixed into appropriate cremes. If medicinal herbs are used, the therapeutic effects can be retained in the dyestuff providing the appropriate gathering and processing regimens for the medicinal herbs are observed.

The dyestuff can be used for household repairs if added to lime and other roughcast material for, unlike other vegetable dyes, mixing the dyestuffs according to the present invention with the roughcast material does not result in any undesirable colouration.

The dyestuff adheres particularly well to stone or plaster if silica gel or diatomaceous earth is added to it. In contrast to other vegetable dyes, this causes no undesirable colouration.

The use of elder terpenes as the binding agent results in a matt dyestuff that adheres particularly well to any base.

The dyestuffs obtained by the process according to the present invention can be mixed with almost any material or processed with these without any undesirable characteristics, such as toxicity, resulting from this, as is the case with many industrial dyestuffs. With a larger proportion of vegetable stabilizing substances the dyestuffs that are extracted can be used directly in objects such as tiles, insulating panels, and the like. The addition of cellulose or wood powder results in a plastic mass that can be subjected to mechanical processing once it has been dried.

Even though the colour of the dyestuff obtained from vegetable starting material may vary depending on the growth and harvesting conditions, constant colours can be obtained in that various colour tones can be mixed

with each other as desired. This colour compensation makes it possible to achieve continuing colour production with constant colour tones.

It is expedient that a few hours after production the colour is monitored by microscopic examination, since all the reactions associated with the process will have been completed by this time.

Dry acids such as hydrochloric acid, citric acid, or dry alkalis such as soda, sodium hydroxide, are commercially available in powder or granular form and can be mixed with the pulverized plant materials so that they can be stored, for example, in the dry state. On the subsequent addition of the liquid required to produce the colour, the dry acids or alkalis will dissolve in this liquid and will simultaneously be diluted to the required proportions so as to render the colour more intensive, stronger or lustrous. This entails the advantage that prepared material that can be used as required for dye production is to hand, and there is no need to measure fresh acid or alkali on each occasion.

The pulverized plant materials can be adjusted to the pH value found in the plants when they are fresh. Overdosing with acid or alkali does no harm. The colour values (brightness, intensity, lustre) remain the same. However, a minimum dose of acid or alkali must be added, this corresponding to the approximate pH value for the fresh state (for acids) or which changes the pH value to the same extent, although towards the base (value).

There are two methods of changing the colour value:

- a) Less than the minimum dose is used, when the colour will be less intense and not so lustrous;
- b) The drying temperature is increased so as to be at least 70°-80° C.

If drying is completed as a temperature of 80°-90° C., for example, and the pH value is changed, the colour will later become more intense and lustrous. The acid or alkali dose that is added is the same as was formerly the case. An overdose of acid and alkali does not alter the colour value in this case. Less than the minimum dose results in a colour with the lustre and intensity as is the case when drying is completed at 70°-80° C. at the minimum dose.

If drying is carried out at a temperature of approximately 90°-100° C., taking care that the material does not become brown, one later obtains a harsh colouration that fluoresces in darkness, at low light values, in a manner similar to commercial "fluorescent paints." This, too, can be achieved by using less than the minimum dose of acid or alkali. This effect can also be obtained if the dry material is exposed to the above degree of heat for a longer time. The temperature can also be increased (to 360° C., for example), although care must then be taken to ensure that the material does not brown.

The temperature at which drying is carried out is unimportant obtaining a colour that has a minimum luminosity. Using plant materials that have been exposed to elevated temperatures of 70°-80° C. for longer times, this minimum luminosity is obtained by using less than the minimum dose of acid or alkali; increased luminosity is obtained by adding the minimum dose or by exceeding this.

If plant materials are dried at a temperature of approximately 90° C. or more, and maintained at this temperature for an extended period of time, the colour values of these will even out, i.e., the powder that is obtained result in the same colour from one batch to

another, so that no differences will be apparent from batch to batch.

I claim:

1. A process for the production of dye from plant materials, which consists essentially of the following steps:

- a) drying the plant materials at a temperature of at least 70° C.;
- b) pulverizing the dried plant materials; and
- c) adjusting the pH of the pulverized plant materials to a non-neutral pH, wherein said pulverized plant materials include the dye.

2. A process of claim 1, wherein the pulverized plant materials are adjusted to approximately the pH value at which they existed in the fresh state.

3. A process of claim 1, including adding a binding agent to the pulverized plant materials.

4. A process of claim 1, wherein the pH is adjusted with the addition of an organic acid.

5. A process of claim 4 wherein the organic acid is citric acid.

6. A process of claim 1, including adding sour milk to the pulverized plant materials.

7. A process of claim 1, wherein the pH is adjusted with the addition of a base.

8. A process of claim 7, wherein the base is sodium carbonate.

9. A process of claim 7, wherein the base is added in the form of plant ash.

10. A process of claim 1, including adding a salt or borax to said pulverized materials for preservation.

11. A process of claim 1, wherein the pulverized, dried plant materials are mixed with an acidic or alkaline substance in dry form, and water is added subsequently.

12. A process of claim 1, wherein the plant materials are dried at a temperature of 70° to 100° C. in step a).

13. A process of claim 1, wherein the plant materials are petals of rape.

14. A process for the production of highly lustrous dye from plant material, comprising the steps of:

- a) providing a quantity of plant material capable of forming a dye and having a known, non-neutral pH when in a fresh state;
- b) drying the plant material at a temperature of at least about 70° C.;
- c) pulverizing the dried plant material;
- d) adding acid or basic reagent to the pulverized plant material in an amount sufficient to provide a pH in aqueous solution which deviates from neutral to at least the same extent as the plant material did when in the fresh state; and
- e) adding water to the pulverized plant material either simultaneously or separately from the addition of the acid or basic reagent, thereby forming an aqueous solution of dye having a pH which deviates from neutral to at least the same extent as the plant material in the living state.

15. A process of claim 14, wherein the plant material has an acid pH when in the fresh state, and wherein the pH of the aqueous solution is at or below the pH of the plant material in the fresh state.

16. A process of claim 14, wherein the plant material has an acid pH when in the fresh state, and wherein the aqueous solution is basic and has a pH which is at or above the same amount of deviation from neutral on the basic side that the pH of the plant material in the fresh state is on the acid side of neutral.

17. A process of claim 14, wherein the plant material has a basic pH when in the fresh state, and wherein the pH of the aqueous solution is at or above the pH of the plant material in the fresh state.

18. A process of claim 14, wherein the plant material has a basic pH when in the fresh state, and wherein the aqueous solution is acidic and has a pH which is at or below the same amount of deviation from neutral on the acid side that the plant material in the fresh state was on the basic side of neutral.

19. A process for the production of highly lustrous dye from plant material, comprising the steps of:

aqueous solution of dye having a pH which deviates from neutral to at least the same extent as the plant material in the fresh state.

20. A process of claim 14, wherein the plant material has an acid pH when in the fresh state, and wherein the pH of the aqueous solution is at or below the pH of the plant material in the fresh state.

21. A process of claim 14, wherein the plant material has an acid pH when in the fresh state, and wherein the aqueous solution is basic and has a pH which is at or above the same amount of deviation from neutral on the basic side that the pH of the plant material in the fresh state is on the acid side of neutral.

22. A process of claim 14, wherein the plant material has a basic pH when in the fresh state, and wherein the pH of the aqueous solution is at or above the pH of the plant material in the fresh state.

23. A process of claim 14, wherein the plant material has a basic pH when in the fresh state, and wherein the aqueous solution is acidic and has a pH which is at or below the same amount of deviation from neutral on the acid side that the plant material in the fresh state was on the basic side of neutral.

24. A process for the production of highly lustrous dye from plant material, comprising the steps of:

- a) collecting a quantity of material consisting of plant material capable of forming a dye and having a known, non-neutral pH when in a living state, said plant material being dead prior to the collecting step;
- b) drying the collected plant material at a temperature of at least about 70° C.;
- c) pulverizing the dried plant material;
- d) adding acid or basic reagent to the dried, pulverized plant material in an amount sufficient to provide a pH in aqueous solution which deviates from neutral to at least the same extent as the plant material did when in the living state; and
- e) adding water to the pulverized plant material either simultaneously or separately from the addition of the acid or basic reagent, thereby forming an aqueous solution of dye having a pH which deviates from neutral to at least the same extent as the plant material in the living state.

25. A process according to claim 19, wherein said dead plant material consists of material shed or discarded by a living plant.

26. A process according to claim 20, wherein said collecting step includes gathering said dead plant material by vacuum apparatus means.

27. A process according to claim 21, wherein said vacuum apparatus means causes discoloration of said dead plant material.

* * * * *

⑪ 公表特許公報 (A)

昭62-503039

⑤Int.Cl.¹
C 09 B 61/00

識別記号

府内整理番号
7537-4H審査請求 未請求
予備審査請求 有

部門(区分) 3 (3)

(全 4 頁)

⑥発明の名称 植物部分から染料を製造する方法

⑦特 願 昭61-503133
⑧⑨出 願 昭61(1986)5月21日

⑩翻訳文提出日 昭62(1987)1月22日

⑪国際出願 PCT/EP86/00309

⑫国際公開番号 WO86/07080

⑬国際公開日 昭61(1986)12月4日

優先権主張 ⑩1985年5月29日 ⑪西ドイツ(DE) ⑫P3519142.2

⑭発明者 エツク・ゲルハルト ドイツ連邦共和国、デー-6073 エーゲルス バッハ、カルル・ナーレンガング - ストラーセ、13

⑮出願人 ルンケル・ユルゲン ドイツ連邦共和国、デー-6072 ドライアイヒーシュプレントリンゲン、ローゼンアウストラーセ、25

⑯代理人 弁理士 江崎 光好 外1名

⑰指定国 A T(広域特許), A U, B E(広域特許), B R, C F(広域特許), C G(広域特許), C H(広域特許), C M(広域特許), D E(広域特許), D K, F I, F R(広域特許), G A(広域特許), G B(広域特許), I T(広域特許), J P, L U(広域特許), M L(広域特許), M R(広域特許), N L(広域特許), N O, S E(広域特許), S N(広域特許), T D(広域特許), T G(広域特許), U S

請求の範囲

える請求の範囲第1項記載の方法。

1. 次の処理工程:
 - a) 植物部分を少なくとも30℃で乾燥する;
 - b) 乾燥された植物部分を粉末化する;
 - c) 粉末化された植物部分を水性溶液の形で、と異なるpH値に調整する
 ことを特徴とする、乾燥された植物部分から染料を製造する方法。
2. 植物部分が新鮮な状態でほぼ有する様なpH値に植物部分を調整する請求の範囲第1項記載の方法。
3. 処理工程c)の後に結合剤を加える請求の範囲第1項記載の方法。
4. 有機酸を加える請求の範囲第1項記載の方法。
5. クエン酸を加える請求の範囲第1項記載の方法。
6. 酸乳を加える請求の範囲第1項又は第3項記載の方法。
7. 塩基性物質を加える請求の範囲第1項記載の方法。
8. ナトリウムを加える請求の範囲第7項記載の方法。
9. 植物灰を加える請求の範囲第7項記載の方法。
10. 保存のために塩又はホウ砂を加える請求の範囲第1項ないし第9項のいずれかに記載した方法。
11. 粉末化され、乾燥された植物部分と乾燥形の塩又は苛性アルカリ溶液とを混合し、後に液体を加

特表昭62-503039(2)

明 細 告

植物部分から染料を製造する方法

本発明は乾燥された植物部分から染料を製造する方法に関する。

多段のこの様な方法が公知である。この方法に共通していることは特定の、これに特に適する染料植物、たとえばゲニスター、タイセイ、セイヨウアカネ、インジゴ、レッドウッドのみを使用することである。

これらの植物は採取規則の厳守下で慎重に採取されねばならない。この場合芽や生きている及び健康的な植物又はその部分を採取してよい。精々60℃の温度で行われる慎重な乾燥後、乾燥された植物部分を常法で煮沸し、浸出し、次いで染料を沈殿させ、乾燥する。ほとんどの場合、染料を乾燥後粉碎し、混合しなければならない。

公知の方法で得られた染料は—2, 3の例外としてたとえばセイヨウアカネ及びインジゴ—全く発光色を生じない。製造された染料は僅かに安定で、水性染料としてしか使用できない。

公知の方法に従つて製造された染料の使用範囲は特に染料が全く又はほんの僅かしか耐光性でないことによつて著しく制限される。この製造法は極めて煩雑で、時間がかかるので—このことはその都度の採取規則を厳守してすら生じる—、得られた染料は極めて高価である。したがつてこの方法は工業

的使用にはとんど適さない。

公知方法に従つて植物部分から得られた染料も極めて制限的にしか使用することができない。というのはこれは風雨にさらされる表面に不適当であり、これは夫々の地に付着しないからである。これは特に染料が塩基性に作用する材料と混和せず、それ故に石灰及びその他の下塗り材料と混和することができない。

したがつて本発明の課題は最初に挙げた種類の方法を生じることであり、この方法を用いることによつて簡単な方法で特定の染料植物に制限することなく植物部分から任意に、特にまた発光染料を製造することができる。この染料は任意のその他の染料と混和可能であり、耐光性であり、無剥離に付着することができる。

この課題は本発明によれば次の方法で解消される。すなわちこれは処理工程：

- 植物部分を少なくとも30℃で乾燥する；
 - 乾燥された植物部分を粉末化する；
 - 粉末化された植物部分を水性溶液の形で7と異なるpH-値に調整する
- ことによつて特徴づけられる。

高い乾燥温度によつて植物部分中の染料は耐光性になる。この膜処理の促進のために比較的にたとえば360℃の高い温度を適用することができる。し

かし植物部分が褐色にならない又は他の方法で変色しないことのみに注意する。

たとえ植物部分が乾燥処理後、含有する植物性基本物質のゆえに光沢のない色を有していても、発色するかつ場合により濃い色が得られる。これは次の処理工程、すなわち粉末化された植物部分を酸性又は塩基性状態にすることによつて行われる。粉末化された植物部分を水性溶液の形では、植物成分が新鮮な状態に保持されるpH-値に調整するのが好ましい。それによつて植物界に於て生じるすべての色を得ることができ。結合剤を添加するのが好ましい。それによつて特別に発光性色調が得られる。乾燥した、粉末化された植物部分に先ず酸又は苛性アルカリ溶液を乾燥形で加え、のちに初めて、場合により貯蔵後液体と混合する。

本発明の思想の有利な実施形態はその他の從属の請求範囲の対象である。

特別の植物又はその部分のみを注意深く採取せねばならない慣用方法と対照的に、本発明による方法に関しては専ら枯死した植物部分又は植物を採取するのが好ましい。これは植物が自然に落すものである。たとえば花弁、葉、果実、果実の皮等々である。したがつてたとえばセイヨウアブラナの花弁を黄土染料の収得のために、吸引装置を用いて集め、その後植物は受粉され、しおれる。それによつて植物を

採取工程によつて損うことなく又はその発育又はその繁殖を妨害することなく繁殖することができる。

考慮される慎重な採取の特別な採取装置は不要である。吸引機を使用することができる。これは採取物を碎き、プレスし、圧縮し又はその際変色が生じさえもその他の方法で損傷を与える。

したがつて多量の必要な採集物は効率的に採取することができる。

採取時に又はその後生じる色の変化は妨げないので、乾燥工程を迅速に実施する必要はないあるいは—不可能な場合—いかなる保存処理も行う必要がない。

植物の乾燥—これは好ましくは70~80℃で、しかも高められた温度で行うことができる—は直接これにてんする窓中で行うことができる。しかし先ず自然乾燥処理を実施し、次いで植物部分を後乾燥のために窓中に加えることも可能である。

乾燥後、植物部分をたとえば臼ミル、遠心分離機、打解回転ミル、摩擦機等々中で粉末化する。

次いで酸性又は塩基性物質を加える。これは乾燥時に光沢のない色を呈する植物部分が再び発光する色を保持することを配慮するためである。植物部分を再び新鮮な状態で、すなわち採取時に有する様なpH-値に調整するのが好ましい。

更に粉碎された植物部分にたとえばクエン酸、ケ

特表昭62-503039(3)

イ又はその他の有機酸を加える。次いで結合剤を加えるのが好ましい。その時得られた染料は植物部分が新鮮な状態で有する本来の発光色を示す。

選ばれるpH-値は特定の植物の種類又は部分に於て得られる染料に著しく影響を与える。したがつてたとえば乾燥されかつ粉末化されたニワトコの実に苛性アルカリ粉末を加えることによつて青色染料を得ることができる。その代りにクエン酸又はその他の有機酸を加えた場合、赤色染料が得られる。得られた赤色又は青色色調は更に乾燥温度又は乾燥時間に依存する。すべての得られた色調は耐光性である。

塩基性材料としてたとえば植物灰、好ましくは白色植物灰を粉末化された植物部分と混合することもできる。

寄生菌発生(キノコ、コケ、昆虫等々)の以前に得られた染料を保護するために、たとえば塩又はホウ砂を加えることができる。

結合剤として原則的にすべての天然の又は合成の結合剤を使用することができる。漆性のない結合剤を使用して漆性のない染料を得るのが有利である。

得られた染料の加工処理は簡単な方法で粉末化された染料を水と混合して行うことができる。液状の噴霧可能な染料が得られる。ベースト状のはけ塗り染料を得るために、増粘剤としてたとえば粉末化された木類等々から得られるセルロースを加える。次

壁上での染料の付着能は特に良好である。

その他の植物染料と対照的にこの場合も予期されない変色を生じない。

ほんやり墨つた、夫々の地に特に良好に付着する染料が結合剤としてセイヨウニワトコテルペンの使用によつて得られる。

本発明による方法によつて得られる染料はほとんど任意の材料と混合する又はそれ中に混入加工することができる。この際いかなる予期されない性質、たとえば多くの染色工場に於ける様な有害作用を生じない。植物基本物質の比較的多くの割合に於て、得られた染料塊を直ちに対象物に、たとえばタイル、絶縁ボード等々に加工することもできる。セルロース又は木粉と混合して捏和物を得ることができ、ボディーから型どることができる。これは乾燥後機械的に取り扱うことができる。

植物原料から成る染料は発育-及び採取条件に基づき異なるとはいへ、種々の色調を夫々所望の方法で相互に混合することによつて一様の色調を得ることができます。この染料調製によつて一様の色調を有する染料を著しく連続的に製造することができる。

製造の2~3時間後にもう一度色調節が顕微鏡下で行われるのが有利である。というのはこの時点での処理に結びつく反応すべて終了するからである。

乾燥した後、たとえば塩酸、クエン酸又は乾燥し

いで染料は水性塗料として又は対応する塩含有量に於て木に対する含浸剤として又はクリヤー塗料として使用することができる。

酸乳の添加によつて塗膜が得られる。この組合剤は同時にpH-値を酸性域に変えるので、その他の酸性物質の添加は不要である。希釈された形でこの染料をクリヤー染料として使用することもできる。これは内部用塗料及び外部用塗料として適当である。

ポイル油又はその他の油を結合剤として使用して油性ペイントが得られる。

染料をたとえばチヨーク粉末中に混入攪拌し、成形し、乾燥して無毒のチヨーク色又はバステル色が得られる。染料を液状ロウ中に混入攪拌し、ロウ状筆記具(Wachsmalstifte)又は多彩のロウ状捏和物(Wachsknete)が得られる。

化粧品を彩色するために、染料を対応するクリーム中に混入し攪拌する。薬草を使用した場合、薬草に関する現行の採取-及び処理規則を考慮して治療的作用は染料中でも変わらない。

石灰及びその他の下塗り材料をアルカリ性物質として添加することによつて染料は家庭用塗料として適する。というのはその他の植物染料と対照的に下塗り材料と混合して予期されない変色を生じないからである。

シリカゲル又はけいそう土を加えた場合、石及び

た苛性アルカリ溶液、たとえばソーダ、苛性ソーダは市場で粉末形又は粒形で入手することができます、粉末化された植物成分と混合し、たとえば乾燥した形で保存することができる。染料を製造するために必要な液体を後から添加する場合、これに乾燥された酸又は乾燥苛性アルカリ溶液を溶解し、その際同時に對応する割合で希釈し、染料は激しくかつ強く又は発光する。これは次の利点を有する。すなわち必要の場合には染料製造に、毎回新しい酸又は苛性アルカリ溶液を計量することなく使用することができる加工処理された材料だけを使用する。

粉末化された植物部分を新鮮な状態の植物が有するpH-値に調整することができる。酸又は苛性アルカリ溶液の過剰の配置添加は有害ではない。~~無効~~^{色調}濃度(明度、強度、光度)は常に同一の値にある。しかし酸又は苛性アルカリ溶液の最小量を添加しなければならない。この量はおおよそ新鮮な状態のpH-値(酸に於て)に相当する又は同程度で、しかし塩基性方向でpH-値を変化させる。

~~無効~~^{色調}を変えるために2つの可能性がある:

- a) 酸又は苛性アルカリ溶液のこの最小値を下回り、その時染料はもはや強くかつ発光性でない。
 - b) 乾燥温度を上昇させ、これは少なくとも70℃~80℃になければならない。
- たとえば80℃~90℃の温度でほぼ乾燥し、

特表昭62-503039(4)

pH-値を変えた場合、染料は後にもつと強度にかつ発光性になる。この際添加される、配量された酸又は苛性アルカリ溶液は前述の通りである。酸及び苛性アルカリ溶液の過剰の配量添加はこの発光性を変化しない。最小量を下回ることは70℃～80℃の乾燥で最小量の維持下に於けると同様な光度及び強度を有する染料を生じる。

約90℃～100℃の温度で乾燥し、その際褐色を生じないことに注意した場合、後にまばゆく発光する色が得られる。この色は暗闇で僅かな光を作用した場合市場で通常の「発光色」と同様又は全く同様に発光する。これは少なくとも必要である酸又は苛性アルカリ溶液の配量添加を下回ることによつても調製することができる。この効果は乾燥物を記載した温度で比較的長時間加熱した場合、得ることができる。温度を更に上げる(たとえば360℃)こともできる。この場合植物部分が褐色にならないことだけを注意しなければならない。

したがつて最小光度を有する染料を得るためにどの温度で乾燥しても差しつかえない。比較的長時間70℃～80℃よりも高い温度にさらされた植物部分の場合、この最小光度は酸又は苛性アルカリ溶液の最小配量添加を下回ることによつて得られる。光度の増加をこの最小配量添加の供給又はその超過によつて得る。

植物部分を約90℃又はそれ以上の温度で乾燥し、この温度により長時間さらした場合、相互に~~色~~濃度で一致する。すなわちこれから得られた粉末は非連続的又は連続的に常に同一染料を生じ、これはその時一つ一つに可視性の相異をもはや認めることができない。

国際調査報告		
International Application No. PCT/EP 86/00309		
According to International Patent Classification (IPC) or in both National Classification and IPC		
Int. Cl. 4 C 09 B 61/00		
B. FIELDS SEARCHED		
Maximum Documentation Searched:		
Classification System Classification Symbols		
Int. Cl. 4	C 09 B; A 23 L	
Documentation Searched other than those mentioned above to the Extent that such Documents are included in the Fields Searched:		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT*		
Category Citation of Document, "in which, where appropriate, of the relevant passages" Reference to Claim No. 1		
A	FR, A, 1233255 (A.T.O.M.) 12 October 1960, see the whole document	1
A	Chemical Abstract, vol. 81, No. 3, 22 July 1974, Columbus, Ohio (US) R. Jadwiga: "Stability of anthocyanin pigment concentrates obtained from black current press cake", see page 222, abstract 12025x, & Pr. Inst. Lab. Badaw. Przem. Spozw. 1973, 23 (2) 269-300 (Pol). --	
A	US, A, 1399014 (E. HART) 6 December 1921 see page 1, lines 68-74; page 2, lines 8-19	1

<p>* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "B" document first published on or after the international filing date "C" document first published more than one year before the international filing date of the application, or before the priority date if this is later than the international filing date "D" document referring to an oral disclosure, etc., made prior to the international filing date "E" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "F" document member of the same patent family</p>		
IV. CERTIFICATION		Date of Making of this International Search Report
Date of the Actual Completion of the International Search 25 August 1986 (25.08.86)	10 October 1986 (10.10.86)	
International Searching Authority EUROPEAN PATENT OFFICE	Signature of International Officer	

ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT ON

INTERNATIONAL APPLICATION NO. PCT/EP 86/00309 (SA 13369)

This Annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The members are as contained in the European Patent Office EPO file on 16/09/86.

The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
ER-A- 1233255		None	
US-A- 1399014		None	

For more details about this annex:
see Official Journal of the European Patent Office, No. 12/82

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-339265
(43)Date of publication of application : 27.11.2002

(51)Int.Cl. D06P 1/34
D06P 3/60

(21)Application number : 2001-142326 (71)Applicant : KANEMASU:KK
(22)Date of filing : 11.05.2001 (72)Inventor : KANEKO TAKASHI

(54) METHOD FOR DYEING FIBER AND THE RESULTANT DYED FIBER PRODUCT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for dyeing fibers in view of the fact that dyeing fibers with a plant natural coloring matter often results in light color and is difficult to attain color fastness even if repeated dyeing operations are made many times, also dyeing time is very long, and a dyeing liquid is not always homogeneous, being poor in quality stability as well, therefore the process for obtaining a stable dyeing liquid is difficult; particularly, in order to afford mandarin or orange color typical of yellow color family, when trying to make a dyeing by conventional means using citrus fruits such as natural mandarins or oranges, it has been impossible so far to reproduce the fresh and bright color tone inherent in the citrus fruits.

SOLUTION: This method for dyeing fibers comprises using dried citrus rind-pulverized fine powder, that is, the dyeing is carried out either using a dyeing liquid obtained by extracting a dye (coloring matter) from the citrus rind fine powder, or simultaneously with extracting the dye; wherein the citrus rind fine powder has such a particle size as to be passable through a 140- to 50-mesh sieve.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-339265

(P2002-339265A)

(43)公開日 平成14年11月27日 (2002.11.27)

(51)Int.Cl.⁷

D 0 6 P 1/34
3/60

識別記号

F I

D 0 6 P 1/34
3/60

テ-マコ-ト(参考)

4 H 0 5 7
A

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全4頁)

(21)出願番号 特願2001-142326(P2001-142326)

(71)出願人 595151947

株式会社カネマス

埼玉県羽生市西5丁目39番3号

(22)出願日 平成13年5月11日 (2001.5.11)

(72)発明者 金子 隆

埼玉県羽生市西5丁目39番3号 株式会社
カネマス内

(74)代理人 100079337

弁理士 早川 誠志

Fターム(参考) 4H057 AA02 BA32 BA42 DA01 DA24
EA01 FA17 GA07

(54)【発明の名称】 繊維の染色方法および繊維染色物

(57)【要約】

【課題】 植物天然色素による染色は、色は薄いものが多く、また何回も繰り返し染色しても堅牢な染色が達成されにくく、また染着時間が非常に長かったり、染液が常に均質なものではなく、品質の安定性も悪く、安定した染液を得る工程は簡単ではない。特に、黄色系統の代表的な色であるミカン色や橙色を天然の蜜柑、ダイダイ等の柑橘類を用いて、従来の方法で染色しようとすると、柑橘類の爽やかで明るい色調を再現するのは不可能であった。

【解決手段】 柑橘類の果皮の乾燥物を微粉碎して得た柑橘類果皮微粉末を用いて繊維を染色する。また、柑橘類果皮の乾燥物の微粉末を用いて染色する。さらには、この染色を、柑橘類果皮微粉末から染料を抽出した染液にて行うか、または染料を抽出しながら同時に染色を行う。さらにはまた、この染色において、柑橘類果皮微粉末が140～50メッシュ通過物である染色方法である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】柑橘類の果皮の乾燥物を微粉碎して得た柑橘類果皮微粉末を用いて繊維を染色することを特徴とする繊維の染色方法。

【請求項2】染色を柑橘類果皮微粉末から染料を抽出した染液にて行うか、または染料を抽出しながら同時に染色を行うことを特徴とする請求項1記載の繊維の染色方法。

【請求項3】柑橘類果皮微粉末が140～50メッシュ通過物である請求項1または2のいずれかに記載の繊維の染色方法。

【請求項4】柑橘類果皮の乾燥物の微粉末を用いて染色されてなることを特徴とする繊維染色物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、柑橘類を用いた繊維の染色方法および繊維染色物に関する。

【0002】

【従来の技術】従来から、糸や布等の繊維製品を染めるのに、天然植物から抽出した色素を用いることは広く知られている。これらの代表例は草木染めと称されるもので、種々の天然植物の根、幹、樹皮、葉、花、実等を煎じて抽出された煎汁を、染液として使用する。

【0003】例えば、紫に染めるには、紫草の根から煎じた抽出液を用いて媒染により、赤色に染めるには、茜草の根から熱水で抽出した染液で媒染するか、或いは、紅花の花びらからアルカリで抽出した染液を用いて直接染法で、また、藍色に染めるには、藍の葉を発酵させたスクモによる還元染法で染色される。

【0004】黄色系統の色に染めるには、きはだ、くちなし、うこん、刈安、やまもも、サフラン、こぶなぐさ、ふくぎ等が用いられている。きはだは落葉喬木での樹皮の内側の鮮黄色の部分の抽出液が使われ、この色素成分はペルベリンという天然染料のなかでは唯一の塩基性染料である。くちなしは実から熱水抽出して直接染法で染色する。

【0005】植物天然染料を用いた染色物は、微妙な深みや味わいの色調を呈する素晴らしいものであるが、上記のように染料の種類は少なく、染法も微妙であるが故に複雑で、安定して絶えず所望の色相を得るのが困難である。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】このような植物天然色素による染色は、色は薄いものが多く、また何回も繰り返し染色しても堅牢な染色が達成されにくく、また染着時間が非常に長かったり、染液が常に均質なものではなく、品質の安定性も悪く、安定した染液を得る工程は簡単ではない。

【0007】特に、黄色系統の代表的な色であるミカン色や橙色を天然の蜜柑、ダイダイ等の柑橘類を用いて、

従来の方法で染色しようとすると、柑橘類の爽やかで明るい色調を再現するのは不可能であった。

【0008】本発明は上記問題点を解決するもので、鮮やかに柑橘類本来の明るい爽やかな色調の染色ができ、しかも、量産性にも優れた染色方法とその染色物を提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明は、柑橘類の果皮の乾燥物を微粉碎して得た柑橘類果皮微粉末を用いて繊維を染色することを特徴とする繊維の染色方法である。また、柑橘類果皮の乾燥物の微粉末を用いて染色されてなることを特徴とする繊維染色物である。

【0010】さらには、この染色を、柑橘類果皮微粉末から染料を抽出した染液にて行うか、または染料を抽出しながら同時に染色を行う染色方法であり、さらにはまた、この染色において、柑橘類果皮微粉末が140～50メッシュ通過物である染色方法である。

【0011】

【発明の実施の形態】本発明で染色の原料として用いる柑橘類とは、ミカン科に属する果物の総称であり、ミカン類、ダイダイ類、文旦類、キンカン類、ユズ類、レモン類等をいう。具体的には、ミカン科植物のうち温州蜜柑、紀州みかん、鳴門みかん等とその近縁種、夏みかん、ダイダイ、八朔、ポンカン、サンポウカン、ネーブル、オレンジ、文旦、ザボン、グレープフルーツ、キンカン、ユズ、スタチ、レモン等が好ましく例示される。特に好ましいのは、温州みかん等のミカン類と夏みかん、ダイダイ等のダイダイ類である。

【0012】本発明においては、これら柑橘類の果皮を乾燥したものを微粉碎して柑橘類果皮微粉末を得て、これを染色剤として染色を行う。柑橘類から中身の果肉を取った後の果皮は、十分乾燥してから微粉碎処理に供される。乾燥は天然乾燥でも良いし、熱風乾燥等人為的乾燥でも構わないが、十分乾燥させて果皮が出来るだけ堅くなる方が好ましく、水分含有量が30重量%以下、特に15～25重量%にするのが、染色効率の良い微粉末を得る上でも、また保存性の上からも、また染料として混合沈殿法に使える点からも、好ましい。

【0013】柑橘類の果皮には、黄色系色素化合物のフラボノイドの一つであるヘスペリジンが含まれ、これが黄色染料として働き染色するが、色素としての機能は弱いので強化しなくては染料としては使えず、これが今まで草木染めにおいてあまり適用されなかった理由の一つである。特に、反応性のカルボキシル基やアミノ基等の反応性基を有さないセルロース繊維である木綿や麻は染着しにくい。草木染めは、かかる反応性基を有する蛋白からなる絹繊維を染める歴史でもあって、木綿への適用は難しい場合が多いが、特に、ヘスペリジンは木綿への染着性はよくなく、今まで十分な鮮明度で染色することは困難であった。

【0014】本発明は、柑橘類果皮を乾燥し、これを微粉碎して微粉末とすることにより、染料抽出工程において染料の抽出効果は極めて大きく、極めて良好な染着性を発現させる。また、染料抽出工程を省略して、抽出しながら染着を行う方法でも、十分な染着性能を発揮することができる。

【0015】果皮微粉末はその粒径が、篩い標準で140メッシュから50メッシュとするのが好ましい。特に、微粉碎後、篩いを通過させて粒径の大きさを均一にしたもののが好ましい。篩いメッシュは140メッシュ(粒径0.104mmに相当)から50メッシュ(0.295mm)の範囲からのものが好ましく選ばれ、特に、120メッシュ(0.124mm)~80メッシュ(0.175mm)を通過させたものが好ましい。

【0016】乾燥果皮を微粉碎する方法は、特に限定されるわけではないが、乾式粉碎が好ましく、高速回転粉碎機、ポールミル、攪拌ミル、ジェット粉碎機等が挙げられる。柑橘類乾燥果皮は乾式粉碎して微粉末とされる。かかる微粉末を得るのに特に好適な装置は、上臼と下臼からなり両者を相対的に反転するように回転させ且つ好ましくは下臼を上下動させながら、上臼と下臼との間に乾燥果皮を供給して粉碎する形式の粉碎機である。いわば石臼の原理によって微細な粉末を均一な粒度のものを得ることができ、前述の好ましい粒径メッシュのものが容易に達成されるので好ましい。この形式の粉碎機は、有限会社西鉄工所よりミクロパウダーG-007の製品名で市販されている。

【0017】染色は、この柑橘類果皮微粉末から染料を抽出した染液に纖維を浸漬して染着させる方法でもよいし、染料を抽出する工程と染着する工程を同時に進行する方法でもよい。染液を作るには、柑橘類果皮微粉末を水に入れ沸騰させて20分程度熱煎して煎汁をとる。同じようにこの熱煎工程を数回繰り返してもよい。またこの際、灰汁を薄めた水か炭酸カルシウムの例えは5グラム/10リットル程度の水溶液を用いてもよい。このようにして作った染液を熱して、纖維を浸漬して10分間程度煮染する。この染液を得る工程で纖維を浸漬しても染着される。染色時の温度は常温でも良いが、40~80°C程度に温度で行うのが好ましい。温度が低いと染色に時間が長くかかり過ぎ、80°Cを超えると染色操作が難しくなり、また、後述する柑橘類の匂いが残存し難くなる。煮染した糸または布等の纖維は、冷えるまで静置

耐光堅牢度 (JIS L 0842 カーボンアーク灯光) 3級

洗濯堅牢度 (JIS L 0844) 変退色 4~5級、汚染

4~5級

汗堅牢度 (JIS L 0848) 4~5級

摩擦堅牢度 (JIS L 0849) 級

ドライクリーニング堅牢度 (JIS L 0860) 変退色 5級、汚染 5級

し、水洗乾燥して染色が完了する。煮煎後には必要により媒染をしてよい。媒染するには、アルミ、スズ、クロム、酸、銅、鉄化合物を数%含有する水の媒染液等が使用でき、通常30分程度媒染する。媒染後は水洗し、再度加熱した染液に煮染してもよい。また、特に媒染剤を用いなくとも染色は定着し、その堅牢度も高い。

【0018】染色を適用する纖維の種類は天然纖維、合成纖維いずれでもよいが、好ましくは木綿等のセルロース纖維、絹纖維、羊毛纖維、ポリアミド纖維、特に綿纖維あるいはその混紡纖維である。纖維の形状は、糸、織物、編み物、不織布、生地、縫製品等が挙げられる。

【0019】得られる染色物は、天然の柑橘類が有する固有の爽やかな黄色で染まり、さらには、抗菌効果もあり、しかも天然の柑橘類の匂いが持続するので、今までにない趣を持つ衣料品としての価値が高い。

【0020】従来の草木染め方式にて柑橘類から染料を抽出して染液にして染める場合は、柑橘類中で染料と共に糖分が失われるので、染めに入る際、別の助剤を添加しなければ元の本来の色が発現しない。

【0021】一方、本発明の微粉碎方式は、柑橘類果皮をそのまま乾燥して粉にするので糖分がそのまま存在するため、助剤を添加するための余分な工程が不要である。また、色成分が分離しやすいため、出現率も上がり媒染との結合が合理的で、イオン吸着になり加算法による纖維物の吸着固着のスピードが上がる。

【0022】

【実施例】本発明の具体的な実施例について説明する。温州みかんの皮を乾燥した乾燥物(水分含有量約20重量%)約100グラムを回転する上臼と下臼を有する製粉機ミクロパウダーG-107(有限会社西鉄工所社製)を用いて約5分運転して微粉碎して、白色の細かいパウダー状のみかん果皮微粉末を得た。このものを100メッシュのフィルターを通して粒度の揃った微粉末を得た。

【0023】上記微粉末100グラムを500ミリリットルの水に入れ沸騰させて20分間熱煎して染液を得た。これを冷却して温度70°Cに保ちながら木綿布を10分間浸漬した。冷やして水洗して染色物を得た。

【0024】染色物の染色堅牢度の測定結果は以下の通りで、優れた堅牢度を示した。特に洗濯堅牢度は以下の通り5級の最高ランクのものが多数であった。

水堅牢度 (J I S L 0 8 6 0)
5級

【0025】また、黄色ブドウ状球菌（スタフィロコッカス オーレウス ATCC 6538 P）を用い、原品と、J I S L 0 2 1 7による10回の洗濯後の生菌数の比較による抗菌性の試験結果は、静菌活性を十分有していました。またさらに、対光堅牢度測定に供した後も、染色物からは温州みかん固有の匂いがした。

【0026】

変退色 5級、汚染 4～

【発明の効果】本発明の微粉碎物による染色は、今まで十分な染色が達成されなかった柑橘類による染色は容易に可能とし、その染色堅牢度も十分なものである。また柑橘類の匂いも保持し、さらには、抗菌効果と防臭効果も有するので、新規な衣料品として高い価値を有するものである。

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-129389
(43)Date of publication of application : 08.05.2003

(51)Int.Cl. D06P 1/34
D06P 3/60

(21)Application number : 2001-326384 (71)Applicant : KANEMASU:KK
(22)Date of filing : 24.10.2001 (72)Inventor : KANEKO TAKASHI

(54) METHOD FOR DYEING TEXTILE FIBER AND THE RESULTANT DYED TEXTILE FIBER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for dyeing textile fibers enabling the textile fibers to be dyed in good color tone along with high mass productivity, and to provide the thus obtained dyed textile fibers.

SOLUTION: This method for dyeing the textile fibers involves using fine powder which is obtained by pulverizing buckwheat chaff.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-129389

(P2003-129389A)

(43)公開日 平成15年5月8日(2003.5.8)

(51)Int.Cl.⁷

D 0 6 P 1/34
3/60

識別記号

F I

D 0 6 P 1/34
3/60

テマコート(参考)

4 H 0 5 7

Z

審査請求 未請求 請求項の数 5 O.L (全 4 頁)

(21)出願番号 特願2001-326384(P2001-326384)

(22)出願日 平成13年10月24日(2001.10.24)

(71)出願人 595151947

株式会社カネマス

埼玉県羽生市西5丁目39番3号

(72)発明者 金子 隆

埼玉県羽生市西5丁目39番3号 株式会社
カネマス内

(74)代理人 100079337

弁理士 早川 賢志

Fターム(参考) 4H057 AA02 BA32 DA01 DA24 GA07

(54)【発明の名称】 繊維の染色方法および繊維染色物

(57)【要約】

【課題】 優れた色調の染色ができ、しかも量産性にも優れた染色方法とその繊維染色物を提供する。

【解決手段】 そば殻を微粉碎して得たそば殻微粉末を用いて繊維を染色する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】そば殻を微粉碎して得たそば殻微粉末を用いて繊維を染色することを特徴とする繊維の染色方法。

【請求項2】そば殻を、微粉碎前に、予めアルカリ性の高温水蒸気にて処理して油分を除去する請求項1に記載の繊維の染色方法。

【請求項3】そば殻微粉末が、微粉末を乾燥した物である請求項1または2に記載の繊維の染色方法。

【請求項4】そば殻微粉末が、140～50メッシュ通過物である請求項1ないし3に記載の繊維の染色方法。

【請求項5】そば殻の微粉末を用いて染色されてなることを特徴とする繊維染色物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、そば殻を用いた繊維の染色方法および繊維染色物に関する。

【0002】

【従来の技術】従来から、糸や布等の繊維製品を染めるのに、天然植物から抽出した色素を用いることは広く知られている。これらの代表例は草木染めと称されるもので、種々の天然植物の根、幹、樹皮、葉、花、実等を煎じて抽出された煎汁を染液として使用する。例えば紫に染めるには紫草の根から煎じた抽出液を用いて媒染により、赤色に染めるには茜草の根から熱水で抽出した染液で媒染するか或いは紅花の花びらからアルカリで抽出した染液を用いて直接染法で、また、藍色に染めるには藍の葉を発酵させたスクモによる還元染法で染色される。黄色に染めるには、きはだ、くちなし、うこん、刈安、やまもも、サフラン、こぶなぐさ、ふくぎ等が用いられ、例えば、きはだは樹皮の内側の鮮黄色の部分の抽出液が使われ、この色素成分はベルベリンという塩基性染料である。くちなしは実から熱水抽出して直接染法で染色する。天然植物による染色方法は、植物中から色素成分を抽出した染液を用いるが、個々の植物からの染液に固有な最適な染色条件を、正確に適用して染色する。

【0003】植物天然染料を用いた染色物は微妙な深みや味わいの色調を呈する素晴らしいものであるが、上記のように染料の種類は少なく、染法も微妙であるが故に複雑で、安定して絶えず所望の色相を得るのが困難である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】このような植物天然色素による染色は、色は薄いものが多く、また何回も繰り返し染色しても堅牢な染色が達成されにくく、また染着時間が非常に長かったり、染液が常に均質なものではなく品質の安定性も悪く、安定した染液を得る工程は簡単ではない。

【0005】本発明者は、そば粉製造で大量に副生するそば殻を用いて、染色を安定して行い、良好な染色物を得る方法を検討してきた。しかし、そばの実はタンパク

質やアミノ酸も多く含まれるため、そば殻にもそれらが多く含まれまた油分も多く含有するので、前述のいわゆる伝統的な草木染めの手法では良好な染色は困難である。

【0006】本発明は、優れた色調の染色ができ、しかも量産性にも優れた染色方法とその繊維染色物を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者は、そば殻を微粉碎して得たそば殻微粉末を用いて繊維を染色することにより、深い風合いの優れた茶褐色の色調の染色が可能で、しかも量産性に優れ、また堅牢度にも優れ、さらには抗菌性に優れた染色物が得られることを見出した。

【0008】本発明は、そば殻を微粉碎して得たそば殻微粉末を用いて繊維を染色することを特徴とする繊維の染色方法である。

【0009】さらには、そば殻を、微粉碎前に、予めアルカリ性の高温水蒸気にて処理して油分を除去する染色方法であり、そば殻微粉末が、微粉末を乾燥した物である染色方法、そば殻微粉末が、140～50メッシュ通過物である染色方法である。また、そば殻の微粉末を用いて染色されてなる繊維染色物である。

【0010】

【発明の実施の形態】本発明で染色の原料として用いるそば殻は、“そば”の原料として有用なタデ科一年草の種子であるそばの実の果皮である。そばの果肉は、そば粉、そばがき、焼酎の原料として用いられるが、そば殻は、これらの製粉、製造で大量に副生するが、主な用途は枕用填材である。

【0011】本発明においては、このそば殻を微粉碎して微粉末を得て、これを染色剤として染色を行う。微粉末としては、その平均の粒径が、篩い標準で140メッシュから50メッシュとするのが好ましい。特に微粉碎後、篩いを通して粒径の大きさを均一にしたもののが好ましい。篩いメッシュは140メッシュ（粒径0.104mmに相当）から50メッシュ（0.295mm）の範囲からのものが好ましく選ばれ、特には120メッシュ（0.124mm）～80メッシュ（0.175mm）を通過させたものが好ましい。

【0012】そば殻を微粉碎する方法は、特に限定されるわけではないが、乾式粉碎が好ましく、高速回転粉碎機、ボールミル、攪拌ミル、ジェット粉碎機等が挙げられる。そば殻は乾式粉碎して微粉末とされる。かかる微粉末を得るのに特に好適な装置は、上臼と下臼からなり両者を相対的に反転するように回転させ且つ好ましくは下臼を上下動させながら、上臼と下臼との間に乾燥果皮を供給して粉碎する形式の粉碎機である。いわば石臼の原理によって微細な粉末を均一な粒度のものを得ることができ、前述の好ましい粒径メッシュのものが容易に達成されるので好ましい。この形式の粉碎機は、有限会社

西鉄工所よりミクロパウダーG-007の製品名で市販されている。

【0013】そばの実はタンパク質やアミノ酸も多く含まれるため、そば殻にもそれらが多く含まれる場合が多く、また油分も多く含有する。特に油分があると微粉化が困難であるので、微粉碎前に、予めアルカリ性の高温水蒸気にて処理して油分を除去することが好ましい。アルカリとしては水酸化ナトリウムや水酸化カリウム等のアルカリの0.1~10%濃度の水溶液を加熱し、得た高温の水蒸気で蒸すことにより、油分を十分除去できる。高温水蒸気としては、通常80°C以上、好ましくは90°C以上であり、上限は130°C程度である。

【0014】油分の除去処理をした後、十分乾燥してから微粉碎処理に供される。乾燥は自然乾燥でも良いし、熱風乾燥等人為的乾燥でも構わないが、十分乾燥させるのが好ましい。水分含有量が30重量%以下、特に5~25重量%にするのが染色効率の良い微粉末を得る上でも、また保存性の上からも、また染料として混合沈殿法に使える点からも、好ましい。

【0015】そば殻には、茶褐色系の色素化合物が含まれ、これが茶褐色染料として働き染色するが、色素としての機能は弱いので強化しなくては染料としては使えず、これが今まで草木染めにおいてあまり適用されなかつた理由の一つである。特に反応性のカルボキシル基やアミノ基等の反応性基を有さないセルロース繊維である木綿や麻は染着しにくい。草木染めは、かかる反応性基を有する蛋白からなる絹繊維を染める歴史でもあって、木綿への適用は難しい場合が多いが、特にそば殻の色素は木綿への染着性はよくなく、今まで十分な鮮明度で染色することは困難であった。

【0016】本発明においては、そば殻を微粉碎して微粉末とし、これで染色することにより、染料の抽出効果は極めて大きく、極めて良好な染着性を発現させる。また染料抽出工程を省略して抽出しながら染着を行う方法でも十分な染着性能を發揮させることができる。

【0017】染色は、このそば殻微粉末から染料を抽出した染液に繊維を浸漬して染着させる方法でもよいし、染料を抽出する工程と染着する工程を同時に使う方法でもよい。染液を作るには、そば殻微粉末を水に入れ沸騰させて20分程度熱煎して煎汁をとる。同じようにこの熱煎工程を数回繰り返してもよい。またこの際、灰汁を薄めた水か炭酸カルシウムの例えれば5グラム/10リットル程度の水溶液を用いてもよい。このようにして作った染液を熱して、繊維を浸漬して10分間程度煮染する。この染液を得る工程で繊維を浸漬しても染着される。染色時の温度は常温でも良いが、40~80°C程度に温度で行うのが好ましい。温度が低いと染色に時間が長くかかり過ぎ、80°Cを超えると染色操作が難しくなる。

【0018】煮染した糸または布等の繊維は冷えるまで

静置し、水洗乾燥して染色が完了する。煮煎後には必要により媒染をしてよい。媒染するには、アルミニウム、クロム、酸、銅、鉄化合物を数%含有する水の媒染液等が使用でき、通常30分程度媒染する。媒染後は水洗し、再度加熱した染液に煮染してもよい。また特に媒染剤を用いなくとも染色は定着し、その堅牢度も高い。

【0019】染色を適用する繊維の種類は天然繊維、合成繊維いずれでもよいが、好ましくは木綿等のセルロース繊維、絹繊維、羊毛繊維、ポリアミド繊維、特に綿繊維あるいはその混紡繊維である。繊維の形状は、糸、織物、編み物、不織布、生地、縫製品等が挙げられる。

【0020】得られる染色物は、天然のそばの実果皮が有する固有の深い風合いの茶褐色で染まる。さらには、予期せざることであるが、優れた抗菌効果も有し、しかも染色堅牢度も優れるので、今までにない趣を持つ衣料品としての価値が高い。

【0021】

【実施例】本発明の具体的な実施例について説明する。福島県大沼郡金山町産のそばの実を製粉して得られたそば殻（水分含有量約15重量%）を、水酸化ナトリウム3%水溶液を入れ100°Cに加熱した蒸し器に入れ、10分加熱して、油分を除去処理を行った。油分を除去したそば殻を、回転する上臼と下臼を有する製粉機ミクロパウダーG-107（有限会社西鉄工所社製）を用いて約5分運転して微粉碎して、黒褐色の細かいパウダー状のそば殻微粉末を得た。これを80°Cの熱風で乾燥した。このものを100メッシュのフィルターを通して粒度の揃った微粉末を得た。

【0022】上記そば殻微粉末100グラムを500ミリリットルの水に入れ沸騰させて20分間熱煎して染液を得た。これを冷却して温度70°Cに保ちながら木綿白布を10分間浸漬した。冷やして水洗して染色物を得た。

【0023】染色物の染色堅牢度の測定結果は以下の通りで、堅牢度は4以上と優れた結果を示した。

【0024】洗濯堅牢度（JIS L 0844）変退色 4級、汚染 4~5級

汗堅牢度（JIS L 0848）酸・アルカリ／変退色・汚染とも全て4級

摩擦堅牢度（JIS L 0849）乾式 5級

水堅牢度（JIS L 0860）変退色 4級、汚染 4~5級

【0025】また黄色ブドウ状球菌（スタフィロコッカス オーレウス 寄託番号ATCC6538P）を用いた、原品と、JIS L 0217の103号による10回洗濯後の生菌数の比較による抗菌性の試験結果は、以下の通りで、洗濯10回後でも静菌活性を十分有していた。

【0026】

原品	生菌数	$3 \cdot 1 \times 10^6$	活性値	0.7
洗濯10回後	"	$1 \cdot 4 \times 10^3$	"	4.0

【0027】

【発明の効果】本発明のそば殻微粉碎物による染色は、風合いの良好な染色が可能で、堅牢度も十分で、また、

さらには、抗菌効果を有するので、新規な衣料品として高い価値を有するものである。

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-192580

(43)Date of publication of application : 17.07.2001

(51)Int.Cl.

C09B 61/00

A23L 1/275

A61K 7/00

(21)Application number : 2000-004606

(71)Applicant : TANAKA SHOJI:KK
TNB CORPORATION:KK
ENKAKU IRYO KENKYUSHO:KK

(22)Date of filing : 13.01.2000

(72)Inventor : TANAKA ISAMU
TAKEUCHI TOSHIKATA
KOBAYASHI MASAKI

(54) COLORANT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a colorant that is capable of reversibly changing color and contains a natural coloring which is in safe for the human body and to produce a cosmetic material containing a natural coloring matter capable of changing color in a red color tone by using the colorant.

SOLUTION: The colorant comprises a powder prepared by drying a fruit of Capsicum Annum belonging to plants in the family Solanaceae. An antimicrobial agent may be further added to the colorant. A cosmetic material containing the colorant can be produced. The colorant exhibits an orange color in its dry state and exhibits a red color tone from a red color to a deep red color preferably on condition that the colorant is brought into contact with moisture or an oily component in a weak acid zone to absorb it. The color change reaction reversibly takes place.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-192580

(P2001-192580A)

(43)公開日 平成13年7月17日(2001.7.17)

(51)Int.Cl.⁷

C 0 9 B 61/00
A 2 3 L 1/275
A 6 1 K 7/00

識別記号

F I

C 0 9 B 61/00
A 2 3 L 1/275
A 6 1 K 7/00

テマコード(参考)

Z 4 B 0 1 8
4 C 0 8 3
K

審査請求 未請求 請求項の数3 ○L (全5頁)

(21)出願番号 特願2000-4606(P2000-4606)

(22)出願日 平成12年1月13日(2000.1.13)

(71)出願人 399085163

有限会社田中商事
神奈川県足柄上郡中井町久所422番地の4

(71)出願人 399085152

有限会社ティーエヌビーコーポレーション
愛知県知多市八幡新町1丁目10番9

(71)出願人 599088678

株式会社遠隔医療研究所
愛知県瀬戸市陶原町4丁目9番地

(74)代理人 100074206

弁理士 錦田 文二 (外2名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 着色剤

(57)【要約】

【課題】 可逆的に変色可能であり、ヒトに対して安全性の高い天然色素を含む着色剤を提供することである。また、赤色系の色調の変色可能な天然色素を含有する化粧料とすることである。

【解決手段】 ナス科植物のカプシカム・アンニュームの果実を乾燥させた粉末を含有する着色剤とする。さらに抗菌剤を添加した着色剤としてもよい。このような着色剤を含有する化粧料とすることもできる。着色剤は、乾燥した状態ではオレンジ色を呈するが、好ましくは弱酸性域で水分や油性成分を含ませる条件では紅色から深紅色を呈し、変色反応は可逆的に起こる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ナス科植物のカプシカム・アンニューム (*Capsicum AnnuumL. Var. grossum*) の果実を乾燥させた粉末を主成分とする着色剤。

【請求項2】 ナス科植物のカプシカム・アンニューム (*Capsicum AnnuumL. Var. grossum*) の果実を乾燥させた粉末を主成分とし、さらに抗菌剤を添加してなる着色剤。

【請求項3】 請求項1または2に記載の着色剤を含有する化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 この発明は、野菜の粉末からなる天然着色料を成分とし、食品、餌料、化粧品、繊維製品等の分野で用いられる着色剤およびこれを用いた化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】 一般に、ナス（茄子）科のトウガラシの一種として、パブリカまたはピーマンと称される品種があり、これらの種子および果皮には、辛味成分であるカプサイシンやカロチノイド系色素としてβ-カロチン、カプサンチン、ルテイン、クリプトキサンチンなどが含有されている。

【0003】 また、ハンガリー産ピーマンなどのピーマン（西洋アカトウガラシ）の熟果から種子と茎を除いて乾燥させた赤色粉末状のパブリカは、スープやソース用の香辛料として広く利用されている。

【0004】 さらにまた、草花に含有されている天然色素を染料として利用することは、草木染という染色法において周知である。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、草花に含有されている周知の天然色素は、可逆的に色を変化させるものではなく、例えば周知の赤色系の色素であるサフランは可逆的な変色性を有するものではない。

【0006】 また、カプシカム・アンニュームの果実を乾燥させた粉末は、酸化されにくいので発色安定性は良いが、抗菌性はなく、そのために湿った状態ではカビや細菌などの雑菌を繁殖させて変色する場合があり、このような点から保存性は充分なものとはいえない。

【0007】 この発明の課題は、上記した問題点を解決して可逆的に変色可能で新規な着色剤を提供し、かつヒトに対して安全性が高いばかりか摂取された場合には健康に有用な作用を及ぼす天然色素を主成分とし、しかも可逆的な変色性のある着色剤を提供することである。

【0008】 この発明の他の課題は、湿った状態でもカビや細菌などの雑菌が繁殖し難く、変色しない天然色素を主成分とする着色剤を提供することである。

【0009】 また、この発明の他の課題は、天然色素系の化粧品用着色剤において、可逆的に変色可能であると

共に、化粧料として汎用性のある赤色系の色調、すなわちオレンジ色から紅色（好ましくは深紅色）に可逆的に変色可能な化粧品用着色剤を提供することである。

【0010】

【課題を解決するための手段】 上記の課題を解決するため、この発明においては、ナス科植物のカプシカム・アンニュームの果実を乾燥させた粉末を主成分とする着色剤としたのである。

【0011】 上記したように構成されるこの発明の着色剤は、乾燥した状態ではオレンジ色を呈するが、好ましくは弱酸性域で水や油に接すると紅色から深紅色を呈し、このような星色反応は可逆的に起こる。

【0012】 また、ナス科カプシカム・アンニュームの果実は、食品として広く安全性が認められたものであり、化粧料や食品の成分に使用された際、皮膚に触れさせたり、体内に吸収させても安全なものである。

【0013】 さらにまた、ナス科カプシカム・アンニュームの果実は、後述の成分表からも明らかのように、ビタミンA、ビタミンB₂、ビタミンB₆、ビタミンC、カロチン、鉄分の成分量が、ピーマンやトマトに含有されている成分量に比べてそれぞれ極めて高く、食品栄養学的見地からも優れたものである。

【0014】 また、カプシカム・アンニュームの果実を乾燥させた粉末が、湿った大気中でもカビや細菌などの雑菌を繁殖させ難くするという課題を解決するために、前記の着色剤に代えて、ナス科植物のカプシカム・アンニュームの果実を乾燥させた粉末を主成分とし、さらに抗菌剤を添加してなる着色剤としたのである。

【0015】 上記したように抗菌剤を含有するこの発明の着色剤は、天然の色素であるカプシカム・アンニュームの果実の乾燥粉末が、カビなどの雑菌に侵され難くなり、より安定した発色性および安定した可逆的変色性のある着色剤および化粧料になる。

【0016】

【発明の実施の形態】 この発明におけるカプシカム・アンニュームは、ナス科の多年種植物であり、下記の表1に示す性状の食用の植物である。

【0017】

【表1】

開花後の 果実熟成 必要日数	果実の 形状	果実の 大きさ	果実の 重さ/ 個	果実の 色
35 ～ 45日	扁平 トマト 型	高さ4 ×直径 9cm	80～ 100 グラム	緑、黒 赤、 濃紅色

【0018】 そして、上記植物の果実（可食部）は、トマピーという商品名の生鮮野菜として市販されており、例えば後述の実施例の製造例の方法で食用可能な乾燥粉末を調製することができる。乾燥粉末の原料となるカプシカム・アンニュームの果実は、緑から赤黒色または深

紅色を呈する完熟したものが適当である。なぜなら、このようなカブシカム・アンニュームには、人の健康に有益な抗酸化性物質でありカロチノイドの一種であるリコピンが未熟なものより多く含まれているからである。

【0019】カブシカム・アンニュームの乾燥粉末を製造するには、まず、果実表面に付着した泥などを水洗して不可食部と腐敗物（または腐敗部分）を取り除き、これをオートクレーブまたは湯煎による90～100℃の温度で1～2分間加熱することによって殺菌処理する。なお、製品になる着色剤の変色防止とビタミン類およびカロチノイド成分の変質防止のため、水洗するときには塩素系消毒剤を含む水道水を使用せず、殺菌処理に塩素含有の殺菌剤を用いずに、例えば蒸留水で水洗し、加熱殺菌を行うことが好ましい。

【0020】次いでトマローを厚さ3～8mm程度の厚さにスライスし、直ちに熱風乾燥を2～5時間程度行なって水分含量を5～7重量%程度にまで乾燥させる。なお、乾燥温度は、トマトなどの野菜類に対する通常の乾燥処理温度より高く70～80℃に設定して殺菌工程を兼ねることが好ましい。

【0021】得られたカブシカム・アンニュームの乾燥物を、次に高速粉碎機（ミル）に入れて粗くふるい分け（スクリーン）、通過した粒子をさらに篩別する。粉末粒子の大きさは、着色の目的に応じて調整すればよく、例えば粒径10μm（800メッシュ）以下好ましくは5μm（1500メッシュ）以下の微細な粉末に調製することが好ましい。なお、粒径の分布域は狭いほど均質に着色できて好ましいのは勿論であり、着色性のよい平均粒径としては、3～8μm程度である。

【0022】また、得られた乾燥粉末にカビや細菌の繁殖を確実に防止するように殺菌する方法は、前述のように加熱殺菌法を採用することが好ましいが、周知の抗菌剤を配合することもできる。天然の植物成分を利用した周知の抗菌剤としては、孟宗竹などの竹の水またはアルコール抽出成分や安息香酸（4%以下の添加量）が挙げられる。

【0023】次に、カブシカム・アンニューム100g（乾燥粉末または生果実）当りのエネルギー、ビタミン類含有量は、下記の表2に示す通りである。また、比較のためにピーマン、トマト、レモンの各生果実についてのエネルギー、ビタミン類含有量を併記した。

【0024】

【表2】

野菜の種類 熱量とビタミン	カブシカム・アンニューム 乾燥 粉末		ピーマン	トマト	レモン
	果実 (生)	ピーマン			
エネルギー (kcal)	325	37	21	16	37
ビタミンA (IU)	13200	1140	150	220	0
ビタミンB ₂ (mg)	1.41	0.11	0.04	0.03	0.03
ビタミンB ₆ (mg)	4.62	—	0.25	0.07	0.11
ビタミンC (mg)	752	186	80	20	90
カロチン (mg)	23.9	2.06	2.70	3.9	0
鉄分 (mg)	7.45	0.52	0.6	0.3	0.2

【0025】表2に示すように、カブシカム・アンニュームの乾燥粉末には、カロチン（α-カロチン、β-カロチン、γ-カロチン、リコピンなど）が多量に含まれているが、このうちリコピンとカブサンチンの含有量は高い。カブシカム・アンニュームの深紅色は、リコピンの含有量が高いためであるともいわれている。

【0026】因みに、リコピンは、トコフェロールの100倍程度、β-カロテンの2倍以上の抗酸化性を示すものであり、細胞の老化や脳細胞の学習効果を促進するといわれており、例えば老化促進モデルマウスを用いた試験でも老化予防作用が認められる。また、リコピンの一重項酸素消去速度定数は、3.1·10⁹ M⁻¹s⁻¹であるとの報告もある（NEW FOOD Industry 1997年、第39巻第2号第73頁乃至第788頁）。さらにまた、カブサンチンは、プロモーターとエプステイン・バーウィルスの混合培養法で濃度依存的に細胞の癌化を阻害するとの学会報告がある。

【0027】このようにヒトの健康に有用なリコピンやカブサンチンを多量に含有するカブシカム・アンニュームの乾燥粉末は、例えば打錠して栄養補助食品したり、または野菜ジュースなどの健康飲料やサラダドレッシングなどの補助食品の成分にすることも好ましい。なお、カブシカム・アンニュームの乾燥粉末には甘味がなく、食品に添加した際に食品の味を不具合に変化させることはない。

【0028】ところで、この発明に係る着色剤は、オレンジ色、紅色、深紅色に可逆的に変化する。すなわち、この発明の着色剤は、乾燥状態でオレンジ色をしているが、水分を吸収したり、特に酸性（pH 4～6程度の酸性）の水に接するとさらに赤みを帯びるようになる。

【0029】また、この発明に係る着色剤は、アルコール類（エチルアルコール、メチルアルコール）、グリセリン、油などとの親和性も高く、所要濃度の液剤に調製することも容易にできるものである。

【0030】また、リコピンやカブサンチンは熱変性し難く、200℃程度の加熱調理にも耐えるので、パンその他の加熱される食品に添加して用いることもできる。

【0031】この発明の着色剤の変色性を利用した使用

例としては、パン、麺類、米飯類、豆腐、コンニャク、ゼラチン類などに対する食品用着色料、繊維品類に対する染料が挙げられる。

【0032】なお、カブシカム・アンニュームの乾燥粉末は、家畜用餌料や養魚用餌料にも使用できるものであり、例えば養鶏用餌料に添加すると、カロチン含有量の多い鶏卵を生産でき、養魚用餌料に混ぜてサケ・マスの肉色改善またはタイ、ヒラメの黒色化予防、カニやエビなどの甲殻類その他の魚類の体色改善に利用することもできる。

【0033】

【実施例】<カブシカム・アンニュームの乾燥粉末の製造>カブシカム・アンニュームの果実に付着した泥などを水洗し、不可食部と腐敗部分を取り除き、これをオートクレーブにより100°Cで2分加熱することによって殺菌処理した。次いで殺菌されたカブシカム・アンニュ

カブシカム・アンニュームの乾燥粉末	重量%
ミツロウ	"
カルナウバロウ	"
ラノリン	"
ヒマシ油	"
ワセリン	"
ゴマ油	"
オクチドデカノール	"
香料	"
カブシカム・アンニュームの乾燥粉末	2~5
	8~15
	5~10
	4~6
	40~45
	4~6
	8~12
	10~18
	0.1~0.3

得られた口紅は、ステイックの状態で紅色であり、唇に塗った状態ではそれより深みのある紅色になり、乾燥した唇ではやや色が薄くなり、含水したティッシュペーパーで水分を含ませると深みのある紅色に変色した。

【0037】【実施例2】市販の透明マニキュアを基材とし、これにメッシュ200またはメッシュ400の篩で篩別したカブシカム・アンニュームの乾燥粉末をそれぞれ10重量%混合し、紅色のマニキュアを製造した。

【0038】因みに、カブシカム・アンニュームの乾燥粉末は、透明マニキュアに10~30重量%程度を配合すると好ましい着色性があり、10重量%またはそれ未満の配合量では、爪の保護剤としてカラーマニキュアなどと混合して使用することもできる。

【0039】【実施例3】メッシュ200またはメッシュ400のカブシカム・アンニュームと孟宗竹の水性抽出液を混合し、その乾燥粉末を容器内に圧縮成形で充填し、これをパフにつけて用いる頬紅（フェイスアップパウダー）とした。

【0040】得られたフェイスアップパウダーは、湿度90%で35°Cの大気内に2週間おいてもカビなどの発生がなく、製造直後の状態を保っており、変色も見られなかった。

【0041】【実施例4】カブシカム・アンニュームの乾燥粉末100~120gを水1000gに溶解し、これに固着材としてポリアクリラミド樹脂（大日精化社

一ムの果実を厚さ約5mm程度の厚さにスライスし、直ちに70~80°Cで2時間の熱風乾燥を行なうことにより、水分含量を6重量%にした。これをミルに入れて40mmの目合の篩網でふるい分け、通過した粒子をさらにメッシュ40、100、200、800、1500の篩で順次篩別し、粒径10μm(1500メッシュ)以下の粉末を得た。

【0034】得られたカブシカム・アンニュームの乾燥粉末を用いて下記成分の化粧品（実施例1~3）および繊維製品（布）（実施例4）を製造した。

【0035】【実施例1】下記成分をカルナウバロウの融点以上で均一に混合し、口紅用成形型に注入して冷却固化し、ステイック状の口紅を製造した。なお、各成分は所定範囲内であれば口紅のグレードに応じた調整ができる。

【0036】

製：P D 250、粒径0.001~2μmの粉末）を溶解した5重量%濃度水溶液を10~20重量%混合し、この混合液にスパンデックス繊維製生地（水着用）を浸し、染色機（ワシャー）にて95°Cのソーピング（精錬）、吸着、染色および水洗の各工程を定法に従って経ると共に120°Cで乾燥してオレンジ色の水着用生地を製造した。

【0042】この水着用生地を常温の真水または海水に浸漬したところ、直ちに紅色に変化した。また、これを常温または熱風で乾燥させたところ、オレンジ色に可逆的に変化し、意外性のある商品価値の高い水着用生地が得られた。

【0043】

【発明の効果】この発明は、以上説明したように、カブシカム・アンニュームの果実の乾燥粉末を含有する着色剤としたので、可逆的に変色可能な着色剤になり、食品または食品用添加物としても使用可能であり、ヒトが摂取しても安全である新規な着色剤である。

【0044】また、カブシカム・アンニュームの果実の乾燥粉末を主成分にすると共に抗菌剤を添加した着色剤の発明は、カビや細菌などの雑菌が繁殖し難い品質の着色剤であり、保存性の良い天然色素系の着色剤であるという利点がある。

【0045】また、上記したいずれかの天然色素系の着色剤を含有する化粧料の発明は、化粧品に汎用される赤

色系の色調、特にオレンジ色から深紅色にまで可逆的に
変色可能な天然色素を含有する化粧料であるという利点
がある。

フロントページの続き

(72) 発明者 田中 勇
神奈川県足柄上郡中井町久所422番地の4
有限会社田中商事内
(72) 発明者 竹内 俊孝
愛知県知多市八幡新町1丁目10番9号 有
限会社ティーエヌビーコーポレーション内

(72) 発明者 小林 柚樹
愛知県瀬戸市陶原町4丁目9番地 株式会
社遠隔医療研究所内
Fターム(参考) 4B018 LE03 MA07 MC01 MF06
4C083 AA111 AA112 AA122 AC012
AC072 BB48 CC01 CC12
CC13 CC28 DD11 DD17 EE01
EE03 EE07

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-012955
(43)Date of publication of application : 15.01.2003

(51)Int.Cl. C09B 61/00
C09B 67/04
C09B 67/06
C09B 67/20
C09B 67/44
C09D 5/06
C09D 7/12
C09D201/00

(21)Application number : 2001-203072 (71)Applicant : HASHIMOTO MAKOTO
(22)Date of filing : 04.07.2001 (72)Inventor : HASHIMOTO MAKOTO

(54) PIGMENT, PRODUCTION METHOD FOR PIGMENT, COLORING MATERIAL, COATING MATERIAL, COLORED SYNTHETIC RESIN, AND DYEING LIQUID

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a pigment which can be efficiently produced from a plant and enables the fact that it is produced from a plant to be utilized as commercial power.

SOLUTION: This pigment is produced by drying and then pulverizing a colored tissue of a plant. The colored tissue may be a flower, and the flower may be rose. As the drying, freeze vacuum drying is preferable in terms of color development. The pigment, produced by drying and pulverizing a colored tissue of a plant, can be used as a colorant for coloring material, a coating material, a colored synthetic resin, and a dyestuff.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-12955

(P2003-12955A)

(43)公開日 平成15年1月15日 (2003.1.15)

(51)Int.Cl.⁷

C 0 9 B 61/00
67/04
67/06
67/20
67/44

識別記号

F I

テ-マコード(参考)

C 0 9 B 61/00
67/04
67/06
67/20
67/44

Z 4 J 0 3 8
A
Z

審査請求 有 請求項の数11 O L (全 4 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2001-203072(P2001-203072)

(71)出願人 501267302

橋本 信

東京都杉並区天沼2丁目39番地14号

(22)出願日 平成13年7月4日 (2001.7.4)

(72)発明者 橋本 信

東京都杉並区天沼2丁目39番地14号

(74)代理人 100078835

弁理士 村田 幹雄

Fターム(参考) 4J038 CA011 CG001 EA011 JC43

KA08 KA17 KA20 LA06 NA03

NA17 PB14 PC06 PC10

(54)【発明の名称】 顔料、顔料の製造方法、絵の具、塗料、着色合成樹脂及び染色液

(57)【要約】

【課題】 植物を原料として高い効率で製造できると共に、植物を原材料として使用しているということを商品力として利用できる顔料を提供することを目的とする。

【解決手段】 顔料を植物の有色組織を乾燥した後、これを粉碎して製造する。植物の有色組織は花とすることができます、また花はバラとすることができます。乾燥は、凍結真空乾燥で行うことが発色の点から望ましい。さらに、本発明では絵の具、塗料、着色合成樹脂、染色材の着色材として上述した植物の有色組織を乾燥した後粉碎して製造した顔料を使用できる。

【特許請求の範囲】

- 【請求項1】 植物の有色組織を乾燥し、粉碎して製造した顔料。
- 【請求項2】 植物の有色組織は花である請求項1に記載の顔料。
- 【請求項3】 花はバラである請求項2に記載の顔料。
- 【請求項4】 植物の有色組織を乾燥し、その後に粉碎する顔料の製造方法。
- 【請求項5】 有色組織の乾燥を真空凍結乾燥で行なう請求項4に記載の顔料の製造方法。
- 【請求項6】 弱酸、アルカリにより色彩調整を行う請求項4および請求項5に記載の顔料の製造方法。
- 【請求項7】 加熱による色彩調整を行う請求項4および請求項5に記載の顔料の製造方法。
- 【請求項8】 請求項1、請求項2、又は請求項3に記載の顔料を着色材として媒体に拡散した絵の具。
- 【請求項9】 請求項1、請求項2、又は請求項3に記載の顔料を着色材として塗装媒体に拡散した塗料。
- 【請求項10】 請求項1、請求項2、又は請求項3記載の顔料を着色材として合成樹脂媒体に拡散した着色合成樹脂。
- 【請求項11】 請求項1、請求項2、又は請求項3に記載の顔料を水性溶媒に溶かした染色液。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、顔料、顔料の製造方法、絵の具、塗料、及び着色合成樹脂に係り、特に植物を原料とした顔料、顔料の製造方法、絵の具、塗料、着色合成樹脂及び染色液に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、顔料として、天然原料、たとえば鉱物を原料としたものが知られている。このような顔料は、鉱物を原料としたものとして、藍銅石から作られる群青、孔雀石から作られる緑青が知られている。

【0003】これらの顔料は、上述した天然原料を粉碎・分級して、その原料が持つ色を保持しつつ絵の具や、塗料その他のものの着色に使用されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】また、植物の花、葉などを染料として、布、糸などを染色することは古来よりよく行なわれている。花や葉等から色素を抽出し、繊維等を染色するものである。また、植物そのものを乾燥して、紙に漉き込んだり、合成樹脂中に封じ込めたりすることも従来よく知られている。

【0005】しかし、上述したように植物の色素を用いて染色を行なう場合には、抽出される色素は原料である花等の量に比べ極めて少ないものとなり、原材料の量に対して染色できる製品の量が少なく、染色効率が良好ではなく、これを改善したいと言う要望がある。また、植物を漉き込み、封じ込める場合にあっても、原材料とな

る植物で作り出せる製品には限りがある。

【0006】また、花で染色した繊維は、花等自体の色がそのまま再現されるわけではないし、花の組織自体は失われているから、花を原料としているということによって商品力を高めることができない。

【0007】本発明は、かかる実情に鑑みなされたものであり、植物を原料として高い効率で彩色された製品を製造できると共に、植物を原材料として使用しているということを商品力として主張できる顔料、顔料の製造方法、絵の具、塗料、及び着色合成樹脂を提供することを目的とするものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は、花等の植物を乾燥し、これを粉碎することにより、花等の植物のそのものの色彩の顔料を得ることができたという、本発明者の知見に基づきなされたものである。

【0009】発明者は、花等の植物から染料を得ることができるが、植物から顔料を直接得ることができないという従来からの「常識」に疑問を抱いて、種々の実験を行った結果、本発明に到った。

【0010】発明者は、日本画の絵の具を自作し、この絵の具を用いて日本画の作品を制作している。これらの絵の具は身近にある鉱物等を最新の粉碎機で粉碎することにより作成しているが、鉱物などの素材が備えた色彩をそのまま十分に絵の具として使えるということを知出した。

【0011】そこで、新たな試みとして、着色された様々なものを材料として、顔料を作成できないかということを試してみたのである。この一連の流れのなかで、植物の着色組織を乾燥し、近年提供されている粉碎装置を使用して、微細な粉体とすることにより、この粉碎された粉体は、顔料として使用できるということを見出したのである。

【0012】すなわち、本発明では顔料を植物の有色組織を乾燥した後、これを粉碎して製造する。

【0013】また、本発明では、植物の有色組織は花とすることができる、また花はバラとすることができる。

【0014】本発明の顔料の製造方法は、植物の有色組織を乾燥し、粉碎するものである。また、上記有色組織の乾燥を真空凍結乾燥で行なうことが望ましい。さらに、弱酸、アルカリや加熱により色彩調整を行うことができる。

【0015】さらに、本発明では絵の具、塗料、着色合成樹脂、染色液に上述した植物の有色組織を乾燥した後粉碎して製造した顔料を着色材として使用できる。

【0016】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を説明する。顔料の製造工程は以下のとおりである。本例ではバラの花を原料として用いる場合を説明する。

【0017】まず、バラの花びらを収集する。花びらは

生花として使用できず廃棄対象となるものであっても良く、品種は特に問わない。また、色は、赤、黄色、ピンク等任意である。

【0018】次に採集した花びらを乾燥する。乾燥は、以下の方法で行いうる。

- i 加熱乾燥 (100°C以下が望ましい)
- ii 热風乾燥 (100°C以下が望ましい)
- iii 乾燥剤 (シリカゲル) による乾燥
- iv 電子レンジによる乾燥
- v 凍結真空乾燥 (いわゆるフリーズドライ)

【0019】上記の乾燥方法の中では凍結真空乾燥による乾燥は、花びらの退色が少なく好ましい。凍結真空乾燥は、-40°Cのコールドトラップを備えた真空凍結乾燥器を用いて行った。重量は乾燥前の10%程度となつた。また、そこに含まれる灰分は5~10%以下である。

【0020】次に乾燥した花びらを粉碎する。粉碎はどのような粉碎装置を用いてもよいが、所定の粒度（肉眼で粒形が判別できない程度、約100μm以下、約30μm程度）まで粉碎する。本例では、衝撃粉碎機（大阪ケミカル株式会社製ワンダーブレンダーWB-1型）を用い、30秒程度粉碎した。

【0021】粉碎した粉体を32μmメッシュの音波ふるい（筒井理化学製）で分級し30μm程度とした。これにより分級した顔料は、バラの花びらの色彩を保っていた。本例では、生花10グラムから顔料1グラムを得た

【0022】この顔料を、アクリルラッカー40gに分散させ、白色紙に塗布した。赤紫色のバラから得た顔料の場合60cm×90cmの赤紫色の色紙とすることができた。その色彩を測定したところマンセル値9.6RP7.4/3.6であった。

【0023】また、塗布後、弱酸で処理した場合より鮮明な赤紫マンセル値6.5RP7.4/6.6となつた。尚、マンセル値はミノルタ製CR200色彩計によって測定した。

【0024】また、他の粉碎機として、伊藤製作所LAP-PO1型遊星ボールミルを用い、溶媒とともに微粉碎することができた。

【0025】本例では、バラの花びらを原料にして顔料を作成したが、ハイビスカス、ブルーマルロー、りんどう、つつじ、芍子等の花、植物の葉、樹皮、紅茶などでも顔料を作成することができる。

【0026】以上説明したように、植物の花等を単に乾燥するだけでも植物の色彩を保持できることが分かつた。乾燥を真空凍結乾燥とすると、さらに植物の色を良好に保つことができる。これは黄色において顕著である。

【0027】他の実施の形態例として、乾燥・粉碎によって作られた濃赤のバラの顔料にアラビアゴムをバイン

ダーとして白紙に塗布した。この場合マンセル値で3.5RP8.5/2.1となつた。これにPH2程度の弱酸を添加した場合色彩は4.6RP8.6/2.9となつた。またPH10程度のアルカリを添付した場合色彩は0.7RP8.9/3.7となつた。

【0028】この処理は、顔料粉体に弱酸またはアルカリを添加し100°C以下で乾燥させ再度粉碎することで使用することが可能であり、バインダーによっては、塗布等事後の処理も可能である。また、弱酸、アルカリの強度により色彩は変化することが分かる。

【0029】また、加熱前2.9RP5.1/6.0の濃赤のバラを、恒温炉で90°Cに加熱したところ、2.9RP5.2/5.1になり、150°Cに加熱したところ3.1RP5.1/3.1となつた。

【0030】同様に加熱前2.1Y8.3/3.7の黄色のバラを、恒温炉で90°Cに加熱したところ、0.2Y8.0/3.9になり、150°Cに加熱したところ8.3Y6.8/3.8となつた。

【0031】以上のことから、加熱により微妙な色彩の調整が可能であることが分かる。

【0032】さらに、本例の粉体顔料を水性の溶媒に混ぜると、植物染料が容易に溶け出し、これをろ過圧搾することにより容易に、常温において高い効率で染色液を得ることができた。従来植物染色液を得る方法としては、植物材料をそのまま使い煎じる方法、一旦発酵させる方法があつたが無駄が多かった。本例は、それらに比べ高い効率で染色液を得ることができた。

【0033】なお、顔料は経時変化により、いずれ自然な退色がおこるであろうが、その程度は、他の一般的な有機合成顔料、天然染料と同様と考えられる。発明者の実験では、濃赤、ピンクをアクリルラッカーに分散して塗布した木製品、紙、および濃赤、黄、葉をオイルに分散させたものについては、一年経過後顕著な退色は認められない。

【0034】

【実施例】本発明の多岐にわたる用途について、様々なバインダー、溶媒、分散媒に本発明に係る顔料を混合して、原材料のイメージを保持した発色になるかを判定した。

【0035】顔料は、ピンク、濃い赤ならびに黄色のバラの花びら、バラの葉、および紅茶を凍結真空乾燥し粉碎したものを使いた。

【0036】なお、他の草木、花などの染色でも同様であるが、バインダー、溶媒分散媒が中性か酸性かアルカリ性かにより異なる発色をする。

【0037】ここで、顔料による発色が原材料のイメージを有するか否かは、発明者と、美術専攻の大学生が目視により判定した。実施例1~10を表1に、実施例1~20を表2に示す。

【0038】

【表1】

実施例の判定(1)

実施例 番号	バインダー、溶媒、分散媒等	顔料の原料	基底材	判定結果
1	アクリルラッカー	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	紙、 シナベニヤ	すべて良好
2	サフラン	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	キャンバス	すべて良好
3	白色ワセリン	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	なし	すべて良好 (基底材紙においても良好)
4	蠟	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	なし	すべて良好
5	エナメル	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	シナベニヤ	すべて良好
6	ウレタン	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	シナベニヤ	ピンク、濃い赤、紅茶は良好 黄色、バラの葉は不良
7	うるし	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	シナベニヤ	すべて不良
8	オリーブ油	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	なし	すべて良好
9	ひまし油	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	なし	すべて良好
10	亜麻仁油	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	なし	すべて良好

【0039】

【表2】

実施例の判定(2)

実施例 番号	バインダー、溶媒、分散媒等	顔料の原料	基底材	判定結果
11	アラビアゴム	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	紙	すべて良好
12	水性アクリル	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	紙	すべて良好
13	膠	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	紙	すべて良好
14	純植物性油脂 (スジャータホイップ)	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	なし	すべて良好
15	ポリエステル樹脂	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	なし	ピンク、濃い赤、紅茶は良好 黄色、バラの葉は不良
16	エポキシ樹脂	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	なし	すべて良好
17	シリコンポリマー	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	なし	すべて良好
18	白色セメント	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	なし	原材料のイメージとは異なるが、 顔しみのある色に発色
19	インクジェットプリンタ用 インク	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	紙	すべて良
20	シリクスクリーン印刷	バラの花(ピンク、濃い赤、黄色) バラの葉、紅茶	紙	すべて良好

【0040】表1、表2から、様々なバインダ、溶媒、分散媒に顔料を混入することにより、一部不良のものもあるがほとんどの場合良好な発色を得ることができた。これにより、本発明に係る顔料を様々な用途に使用できることが分かる。

【0041】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、植物を原料として高い効率で製造できると共に、植物を原材料として使用しているとして商品力を高めることができるという優れた効果を奏し得る。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

F I

テーマコード(参考)

C O 9 D 5/06

C O 9 D 5/06

7/12

7/12

201/00

201/00

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-176965

(43)Date of publication of application : 09.07.1996

(51)Int.Cl.

D06P 1/673
C09B 61/00
D06P 1/00

(21)Application number : 06-340680

(71)Applicant : SEKINE HIDEKI

(22)Date of filing : 21.12.1994

(72)Inventor : SEKINE HIDEKI

(54) DYEING TECHNIQUE USING FINELY PULVERIZED PIGMENT

(57)Abstract:

PURPOSE: To perform the dyeing of thread and cloth by including pulverized and purified fine particles of a pigment in the gaps of a fiber texture and the holes or gaps on the surface of a fiber.

CONSTITUTION: Fine particles produced by crushing and purifying a pigment (natural clays, minerals or artificial pigments) are introduced in and attached to the gaps of a fiber texture and the holes or gaps on the surface of a fiber to effect the dyeing of the thread or cloth. A dyed product having high fastness can be produced with little contamination of environment.

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-176965

(43)公開日 平成8年(1996)7月9日

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

府内整理番号

F I

技術表示箇所

D 0 6 P 1/673

C 0 9 B 61/00

Z

D 0 6 P 1/00

Z

審査請求 未請求 請求項の数2 書面 (全2頁)

(21)出願番号 特願平6-340680

(22)出願日 平成6年(1994)12月21日

(71)出願人 595017104

閔根 秀樹

東京都町田市能ヶ谷町48番地1

(72)発明者 閔根 秀樹

東京都町田市能ヶ谷町48番地1 原始技術
史研究所内

(54)【発明の名称】微粒子化した顔料による染色技法

(57)【要約】

【目的】この発明は、顔料を粉碎精製した微粒子を纖維組織の間隙や纖維表面の孔、空隙に侵入、付着させ、糸や布を染色する方法に関するものである。

【構成】顔料(天然土、鉱物および人造顔料)を粉碎精製した微粒子を纖維組織の間隙や纖維表面の孔、空隙に侵入、付着させて糸や布を染色し、堅牢度が高く環境汚染の少ない染色製品を製造する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 天然顔料及び人造顔料を粉碎した微粒子を纖維組織の空隙に侵入、付着させる染色技法。

【請求項 2】 請求項 1 の染色技法を実施するための染料。

【発明の詳細な説明】

【0001】 [産業上の利用分野] 本発明は顔料（天然の土性・鉱物性顔料、及び人造顔料）を粉碎し、微細な粒子として纖維組織の間隙や纖維表面の孔・空隙に侵入、付着することで糸や布を染色する方法に関するものである。一般的な染色技法のような化学的な化合ではなく、物理的な染着であり、一般的の染料より光や紫外線に対する変褪色が少ない染色品が製造できる。また染色工程において水の消費が少なく、毒性のある媒染剤を使用しないので有害物質を廃液として生じることもなく、熱を加える必要もないので水光熱費のコストが削減でき、安全、かつ水質汚染等の環境破壊を伴わずに染色品の製造が可能である。また、草木染めよりはるかに手間も時間もかからないため、学校教育、社会教育、産業教育、生涯学習などの現場で簡単な教材として利用できる。

【0002】 [従来の技術] 現在行なわれている纖維製品の染色は、主に天然植物の煎液を用いるいわゆる草木染めと、化学染料を用いる方法、顔料を媒剤（糊料）によって付着させるいわゆる顔料染めがある。これら従来の染色技法にはいくつかの欠陥があった。草木染めは大量の植物染料と水と熱を消費し、多くの手間と時間がかかる。また、重金属を含む媒染剤を使用するため、廃液として大量の環境汚染物質を生じる。さらに、木綿を染めるには大豆や牛乳などの蛋白質を用いて前処理をしなければ染色できない場合が多い。光や紫外線にも弱く容易に変褪色してしまうという欠陥もある。化学染料の場合も、水を大量に必要とし、さらに染料そのものに毒性がある場合が多く、その製造工程でもさまざまな有害物質を生じる。また、色彩の深みに欠け、どうしても不自然な色感になる。もう一つの顔料を媒剤で付着させる方法でも、媒剤を洗い流すのに大量の水を汚染し、染色した製品自体も洗濯や摩擦によって次第に色が剥がれ落ちる等の欠陥があった。

【0003】 [発明が解決しようとする課題] 環境破壊や水不足が日常的に問題になる今日では、人体や環境に無害で変褪色しにくい染色の実現は染色産業全体の大きな課題でもあった。各メーカーと染色家が膨大な時間と労力を傾けて研究に取り組んで來たが、いまだ解決を見ていない。唯一、万葉集や風土記などの古典文学に記録された古代の赤土染めは、有害物質を含まず、熱も要しない。だが、その正確な技法は失伝しており、文献を元に復元された技法ではすぎの過程で大量の水を汚濁し染色可能な纖維も未精練の絹糸等に限られてしまう欠陥があった。

【0004】 [課題を解決するための手段] 本発明は、

これらの欠点を除いて、製造工程において有害物質を発生することなしに、少ない水の消費量で効率良く纖維製品を染色することに成功したものである。纖維や纖維組織には顕微鏡的な空隙や孔があり、そこに耐光性のある毒性のない顔料を微粒子に粉碎して侵入、付着させることで、物理的な表面張力や摩擦力などによって染着することを特徴とする。

【0005】 [作用と実施例] 次に、本発明の実施方法とその製品についての実験結果を例にあげて説明する。次の8種類の顔料を用いて染色実験を行なった。

1. 土壤学上、古赤色土と呼ばれる酸化鉄を主成分とする鮮紅色の天然土。
2. 黄色土あるいはイエローオークーと呼ばれる鮮黄色の天然土。
3. 海緑石という鉱物を主成分とするエメラルドグリーン色の天然土。
4. ローランバーと呼ばれる淡褐色の天然土。
5. ローランバーを焼いた焦げ茶色の顔料。
6. 東京都町田市で採取した関東ローム層の黄褐色土。
7. ラピスラズリという濃青色の鉱物を碎いた顔料。
8. ガラスに金属酸化物を加えて高温で焼結した鮮紫色の人造顔料。

まず、顔料5グラムを砕き、不純物を取り除いた後、さらに回転式挽臼で粉碎し、直径1ミクロン前後の微粉末を作る。これを2リットルの水に溶くと色鮮やかな混濁液ができる。この液中に麻糸、木綿糸、絹糸、毛糸および楊柳木綿布、木綿タオル、絹ハンカチを浸し、静かに揉み洗いをして混濁液を纖維組織内部に浸透させ、軽くしぶる。脱水機にかけた後、水ですすぐ。染め上がった糸や布は電気洗濯機で洗濯してもそれ以上色落ちせず、白いシャツ等と一緒に洗濯しても色移りすることはなかった。また、ドライクリーニングによる色落ちや太陽光線による変褪色がないかどうかJIS規格に準ずる染色堅牢度試験を行なった結果、いずれも良好な結果を得た。

【0006】 [発明の効果] 天然土性顔料は酸化鉄を主成分とし、重金属等人体や環境に有害な物質を含まない。鉱物顔料や人造顔料でも、化学的な安定度が高く毒性のない顔料を選択的に使用することにより廃液による環境汚染を防ぐことができる。前処理も要らず、媒染剤も使わずに木綿や麻が短時間で染まり、耐光性も洗濯による色落ちもないことが実験によって判明した。粒子の直径を0.1ミクロン以下にすれば中空纖維や超極細纖維等の新素材の染色も可能であり、幼児教育から美術染色、纖維産業まで広範囲に応用できる。また、顔料粒子が溶け出して混濁した脱水機の排水やすすぎ水は最初の混濁液に加えて染液として再使用できるので、水の消費量は従来の染色技法に比して少なくとも30%以下に削減することができる。

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-095962
(43)Date of publication of application : 04.04.2000

(51)Int.Cl. C09B 61/00

(21)Application number : 10-268768 (71)Applicant : YAHAGI SEIICHI
(22)Date of filing : 22.09.1998 (72)Inventor : YAHAGI SEIICHI

(54) METHOD FOR EXTRACTING RED COLORING MATTER OF SAFFLOWER AND COLORANT PREPARED BY THE METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To efficiently extract a colorant from petals of safflower at a low cost and to provide a safe and environmentally friendly colorant.

SOLUTION: A method for extracting a red coloring matter of safflower comprises the steps of removing a yellow coloring matter by washing dried petals of safflower with water; stirring the water washed, yellow coloring matter-removed petals in an alkali solution and squeezing the petals to take out a red coloring matter-dissolved solution; neutralizing the red coloring matter- dissolved solution to take a settled red coloring matter out of the solution; and adsorbing the resulting red coloring matter onto a cellulose. Instead of the step of adsorbing the red coloring matter onto the cellulose in this method, a method additionally comprises the steps of powdering decolored petals of safflower by freeze-drying; and coloring the resulting powder with a red coloring matter or a method additionally comprises powdering the taken-out red coloring matter as such by freeze-drying.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-95962

(P2000-95962A)

(43)公開日 平成12年4月4日(2000.4.4)

(51) Int.Cl.⁷

C 09 B 61/00

識別記号

F I

テーマコード*(参考)

C 09 B 61/00

F

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平10-268768

(22)出願日 平成10年9月22日(1998.9.22)

(71)出願人 598129657

矢作 誠一

山形県西村山郡河北町谷地字田中91番地

(72)発明者 矢作 誠一

山形県西村山郡河北町谷地字田中91番地

(74)代理人 100076255

弁理士 古澤 俊明 (外1名)

(54)【発明の名称】 紅花の赤色色素抽出方法及びその方法により作られた着色料

(57)【要約】

【目的】 紅花の花弁から効率よく安価に抽出するとともに、安全で、環境にもやさしい着色料を得ることである。

【構成】 紅花の乾燥花弁から水洗いにより黄色色素成分を除去する工程と、水洗いして黄色色素成分を除去した花弁をアルカリ溶液中にて搅拌し、花弁を絞って赤色色素成分の溶解した溶液を取り出す工程と、赤色色素成分の溶解した溶液を中和して溶液中に沈降した赤色色素を取り出す工程と、この工程で得られた赤色色素をセルロースに吸着させる工程とからなる紅花の赤色色素抽出方法である。また、セルローズに代えて、脱色した紅花の花弁をフリーズドライにより粉末化する工程と、この粉末を赤色色素で着色する工程とを具備してなる紅花の赤色色素抽出方法である。さらに、取り出した赤色色素をそのままフリーズドライにより粉末化する工程を具備してなる紅花の赤色色素抽出方法である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 紅花の乾燥花弁から水洗いにより黄色色素成分を除去する工程と、水洗いして黄色色素成分を除去した花弁をアルカリ溶液中にて攪拌し、花弁を絞って赤色色素成分の溶解した溶液を取り出す工程と、赤色色素成分の溶解した溶液を中和して溶液中に沈降下した赤色色素を取り出す工程と、この工程で得られた赤色色素をセルロースに吸着させる工程とからなることを特徴とする紅花の赤色色素抽出方法。

【請求項2】 紅花の乾燥花弁から水洗いにより黄色色素成分を除去し、この水洗いして黄色色素成分を除去した花弁をアルカリ溶液中にて攪拌し、花弁を絞って赤色色素成分の溶解した溶液を取り出し、この赤色色素成分の溶解した溶液を中和して溶液中に沈降下した赤色色素を取り出し、取り出した赤色色素をセルロースに吸着させてなることを特徴とする紅花の赤色色素の着色料。

【請求項3】 紅花の乾燥花弁から水洗いにより黄色色素成分を除去する工程と、水洗いして黄色色素成分を除去した花弁をアルカリ溶液中にて攪拌し、花弁を絞って赤色色素成分の溶解した溶液を取り出す工程と、赤色色素成分の溶解した溶液を中和して溶液中に沈降下した赤色色素を取り出す工程と、黄色色素と赤色色素を脱色した紅花の花弁をフリーズドドライにより粉末化する工程と、この工程で得られた脱色した紅花の花弁の粉末を赤色色素の溶液で着色する工程とからなることを特徴とする紅花の赤色色素抽出方法。

【請求項4】 紅花の乾燥花弁から水洗いにより黄色色素成分を除去し、この水洗いして黄色色素成分を除去した花弁をアルカリ溶液中にて攪拌し、花弁を絞って赤色色素成分の溶解した溶液を取り出し、赤色色素成分の溶解した溶液を中和して溶液中に沈降下した赤色色素を取り出し、黄色色素と赤色色素を脱色した紅花の花弁をフリーズドドライにより粉末化し、この脱色した紅花の花弁の粉末を赤色色素の溶液で着色してなることを特徴とする紅花の赤色色素の着色料。

【請求項5】 紅花の乾燥花弁から水洗いにより黄色色素成分を除去する工程と、水洗いして黄色色素成分を除去した花弁をアルカリ溶液中にて攪拌し、花弁を絞って赤色色素成分の溶解した溶液を取り出す工程と、赤色色素成分の溶解した溶液を中和して溶液中に沈降下した赤色色素を取り出す工程と、この工程で取り出した赤色色素をフリーズドドライにより粉末化する工程とからなることを特徴とする紅花の赤色色素抽出方法。

【請求項6】 紅花の乾燥花弁から水洗いにより黄色色素成分を除去し、この水洗いして黄色色素成分を除去した花弁をアルカリ溶液中にて攪拌し、花弁を絞って赤色色素成分の溶解した溶液を取り出し、この赤色色素成分の溶解した溶液を中和して溶液中に沈降下した赤色色素を取り出し、この取り出した赤色色素をフリーズドドライにより粉末化してなることを特徴とする紅花の赤色色

素の着色料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、紅花の花弁中に含まれる赤色色素成分を抽出する紅花の赤色色素抽出方法及びその方法により作られた着色料に関するものである。

【0002】

【従来の技術】紅花は、7月中旬にはアザミ状の鮮やかな黄色の花をつけるが、この花は、時間とともに赤色に変化する。赤色に変化した花弁を摘み取り、陰干しにしたもののは、乱れ花と呼ばれ、古くから漢方薬として用いられてきている。また、摘み取った花弁をよく揉んで水洗いし、籠の上で発酵させた後、さらに搗りつぶして餅状にして乾燥させたものが紅花餅又は紅餅と呼ばれるもので、紅花染めの紅をとる原料となる。

【0003】このような紅花 (*Carthamus tinctorius L.*) は、藍、ムラサキと並び、代表的な植物色素の1つである。その花弁中には、主色素成分として赤色色素成分と水溶性の黄色色素成分が含まれている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】紅花の赤色色素や黄色色素を培養によって大量生産することは、特公平3-13872号公報、特公平2-51598号公報などに見受けられるが、紅花の色素は、依然として極めて高価であり、紅花の花弁から効率よく、また、食料品、衣料品、化粧品などに直接使用されるように、さらに、安価に抽出することが困難で、低価格の商品には使用できないという問題があった。

【0005】本発明は、紅花の花弁から効率よく安価に抽出するとともに、安全で、環境にもやさしい着色料を得ることを目的とするものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は、紅花の乾燥花弁から水洗いにより黄色色素成分を除去する工程と、水洗いして黄色色素成分を除去した花弁をアルカリ溶液中にて攪拌し、花弁を絞って赤色色素成分の溶解した溶液を取り出す工程と、赤色色素成分の溶解した溶液を中和して溶液中に沈降下した赤色色素を取り出す工程と、この工程で得られた赤色色素をセルロースに吸着させる工程とからなることを特徴とする紅花の赤色色素抽出方法である。

【0007】また、本発明は、セルローズに代えて、脱色した紅花の花弁をフリーズドドライにより粉末化する工程と、この紅花の花弁の粉末を赤色色素で着色する工程とを具備してなることを特徴とする紅花の赤色色素抽出方法である。

【0008】さらに、本発明は、セルローズや脱色した紅花の花弁に吸着させることなく、取り出した赤色色素

をそのままフリーズドライにより粉末化する工程を具備してなることを特徴とする紅花の赤色色素抽出方法である。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明の実施例を以下に説明する。

(1) 第1実施例

紅花の赤色色素を取り出して粉末セルロースに吸着させて抽出する方法及びその方法により作られた着色料
①第1工程：紅花の乾燥花弁から黄色色素成分を除去する。黄色色素成分は、前述のように水に溶ける性質をもち、赤色色素成分は、水に溶けない性質を有する。そこで、紅花の乾燥花弁を数日間、具体的には、少なくとも40時間以上水洗いし、水洗いした花弁を絞って、絞った花弁を残し、水は、溶けた黄色色素成分とともに除去する。

【0010】②第2工程：赤色色素を取り出す。第1工程で水洗いして黄色色素成分を除去した花弁をアルカリ溶液中にて搅拌し、花弁を絞って赤色色素成分の溶解した溶液を取り出す。具体的には、800gの乾燥花弁に対して250gの炭酸カリウムを約摂氏40度の湯4リットルに入れて搅拌する。このとき炭酸カリウムは、pHがおよそ9程度となるような量とする。アルカリ溶液は、炭酸カリウムに限られないが、本発明では、食品添加したり、人体に直接接触する薬品や化粧品に使用することを目的とする場合の着色料を主たる目的としているため、食品用として使用されている炭酸カリウムが使用された。この段階で取り出された赤色色素成分の溶解した溶液は、やや茶色っぽい色をしている。

【0011】③第3工程：赤色色素成分の溶解した溶液を中和する。第2工程で得られた赤色色素成分の溶解した溶液を酸性溶液で中和する。すると、紅花の鮮やかな赤色が得られる。具体的には、第2工程で得られた赤色色素成分の溶解した溶液4リットルにクエン酸180gを加えて搅拌し、pH6.5~7に中和する。そして、溶液中に沈降下した赤色色素を取り出す。

【0012】④第4工程：純度をあげるために繰り返す。第3工程で得られた溶液中には、黄色色素が残るので、比較的大きな粒子のセルロースに赤色色素を吸着させて黄色色素を除去する。さらに、前記第1工程に戻り水洗いして黄色成分を除去し、次に、前記第2工程で炭酸カリウムなどのアルカリ溶液を入れて強アルカリ溶液とし、次に、前記クエン酸などの酸性溶液で中和して赤色を発色させる。この繰り返し工程をさらに繰り返せば、より一層純度の高い赤色色素が得られる。

【0013】⑤第5工程：赤色色素をセルロースに吸着させる。第4工程で得られた赤色色素を抽出した溶液にセルロースを混入して、赤色色素をこのセルロースに付着させ、このセルロースに付着した赤色色素を沈降下させ、濾過する。このとき、濾過材には、赤色色素が不着

しない化学繊維が使用される。濾過した後、上澄み液を除くと、やや水分を含んだ状態のペースト状の着色料となる。完全に水分を除いて乾燥すると、粉末状の着色料が得られる。このように、セルロースに付着させた赤色の着色料は、耐熱性と耐光性が高くなるので、加温、加熱されるものへの利用に適する。

【0014】(2) 第2実施例

紅花の赤色色素を取り出して脱色した紅花の花弁の粉末に吸着させて抽出する方法及びその方法により作られた着色料

①第1工程：紅花の乾燥花弁から黄色色素成分を除去する。

②第2工程：赤色色素を取り出す。

③第3工程：赤色色素成分の溶解した溶液を中和する。

④第4工程：純度をあげるために繰り返す。

以上の4工程は、第1実施例と同じ。

【0015】⑤第5工程：脱色した花弁をフリーズドライにより粉末化する。第1工程で花弁を水洗いして黄色色素成分を除去し、この黄色色素成分を除去した花弁を第2工程でアルカリ溶液中にて搅拌し、かつ、この花弁を絞って赤色色素成分の溶解した溶液を取り出す。そのため残った花弁は、脱色している。この脱色した花弁をよく絞って、急速冷凍した後、摂氏50度に押えて真空乾燥し、製粉機で3~5ミクロンに粉末化する。

【0016】⑥第6工程：脱色した花弁に赤色色素を戻す。第5工程のフリーズドライで得られた脱色した花弁の粉末を、第4工程で得られた赤色色素の溶液で着色する。このとき、第2工程後の花弁は、炭酸カリウムでアルカリ性が残っているので、水又は湯2リットルとクエン酸50gを入れて中和してさらに水洗いして赤色色素を抽出する。セルローズを使用せずに、脱色した花弁に戻すことにより、紅花が本来持っている生薬成分をそのまま利用できる。

【0017】(3) 第3実施例

紅花の赤色色素を取り出してフリーズドライにより粉末として抽出する方法及びその方法により作られた着色料

①第1工程：紅花の乾燥花弁から黄色色素成分を除去する。

②第2工程：赤色色素を取り出す。

③第3工程：赤色色素成分の溶解した溶液を中和する。

④第4工程：純度をあげるために繰り返す。

以上の4工程は、第1実施例と同じ。

【0018】⑤第5工程：フリーズドライにより粉末化する。第4工程で得られた赤色色素を抽出した溶液に、デキストリン（多糖体）を混入して搅拌し、急速冷凍した後、摂氏50度に押させて真空乾燥し、製粉機で3~5ミクロンに粉末化する。この第5工程で得られた着色料は、透明感のある明るい赤色となる。しかし、このフリーズドライにより粉末として抽出した着色料

は、耐熱性があまり高くなく、また、光を当てると、数時間で色あせるので、次の第6工程で耐熱性を高めることができる。

【0019】⑥第6工程：耐熱性を高める。第5工程で得られた赤色色素の粉末は、耐熱温度が精々摂氏60度であるから、食品添加物であるメチルセルロースを約2%加えることにより、摂氏80度まであげができる。

【0020】

【発明の効果】本発明は、紅花の乾燥花弁から水洗いにより黄色色素成分を除去する工程と、水洗いして黄色色素成分を除去した花弁をアルカリ溶液中にて搅拌し、花弁を絞って赤色色素成分の溶解した溶液を取り出す工程と、赤色色素成分の溶解した溶液を中和して溶液中に沈降下した赤色色素を取り出す工程と、この工程で得られた赤色色素をセルロースに吸着させる工程とからなるので、紅花の花弁から効率よく安価に抽出するとともに、安全で、環境にもやさしい着色料を得ることができるものである。

【0021】本発明は、紅花の乾燥花弁から水洗いによ

り黄色色素成分を除去する工程と、水洗いして黄色色素成分を除去した花弁をアルカリ溶液中にて搅拌し、花弁を絞って赤色色素成分の溶解した溶液を取り出す工程と、赤色色素成分の溶解した溶液を中和して溶液中に沈降下した赤色色素を取り出す工程と、黄色色素と赤色色素を脱色した紅花の花弁をフリーズドライにより粉末化する工程と、この工程で得られた脱色した紅花の花弁の粉末を赤色色素の溶液で着色する工程とからなるので、脱色した花弁に戻すことにより、紅花が本来持っている生薬成分をそのまま利用できる。

【0022】本発明は、紅花の乾燥花弁から水洗いにより黄色色素成分を除去する工程と、水洗いして黄色色素成分を除去した花弁をアルカリ溶液中にて搅拌し、花弁を絞って赤色色素成分の溶解した溶液を取り出す工程と、赤色色素成分の溶解した溶液を中和して溶液中に沈降下した赤色色素を取り出す工程と、この工程で取り出した赤色色素をフリーズドライにより粉末化する工程とからなるので、透明感のある明るい赤色の着色料が得られる。

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-168742
(43)Date of publication of application : 17.06.2004

(51)Int.Cl. A01N 65/00
A23L 3/3472
D06P 1/34
// D06M 13/00

(21)Application number : 2002-339660 (71)Applicant : KANEMASU:KK
(22)Date of filing : 22.11.2002 (72)Inventor : KANEKO TAKASHI

(54) BACTERICIDAL MATERIAL AND FIBER OR FOOD PRODUCT PRODUCED BY USING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a material having excellent bactericidal activity and sufficient durability in the field of food products, fibers, and the like, and produced from a natural resource free from health/environmental problems.

SOLUTION: Finely crushed parsley has especially high bactericidal property and excellent dyeing property and develops excellent antiseptic effect when added to a food product. The bactericidal material is composed of dried fine powder of parsley passing a sieve of 140–50 mesh. The bactericidal fiber is obtained by dyeing a fiber with the dried fine parsley powder and an antiseptic food product contains the dried fine parsley powder as an additive.

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-168742

(P2004-168742A)

(43) 公開日 平成16年6月17日(2004.6.17)

(51) Int.Cl.⁷
A01N 65/00
A23L 3/3472
D06P 1/34
// **D06M 13/00**

F I
A01N 65/00
A23L 3/3472
D06P 1/34
D06M 13/00

テーマコード (参考)
4B021
4H011
4H057
4L033

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願2002-339660 (P2002-339660)

(22) 出願日

平成14年11月22日 (2002.11.22)

(71) 出願人 595151947

株式会社カネマス

埼玉県羽生市西5丁目39番3号

(74) 代理人 100079337

弁理士 早川 誠志

(72) 発明者 金子 隆

埼玉県羽生市西5丁目39番3号 株式会社カネマス内

F ターム (参考) 4B021 MC01 MK05 MP01
4H011 AA02 BA01 BB22 BC19 DG02
DH10 DH11
4H057 AA01 BA32 DA01 DA21 DA24
4L033 AA02 AB05 AC10 BA00

(54) 【発明の名称】 殺菌性材料およびこれを用いた繊維又は食品

(57) 【要約】

【課題】 食品や繊維等、あるいはそれ以外の分野において、殺菌性に優れ且つ十分な持続性があつて、また天然物由来のもので健康・環境上の観点からも問題がないような新たな殺菌性を付与する材料を得る。

【解決手段】 本発明者は長年、各種天然物に長年従事した知見から、パセリを微粉碎したものが特に高い殺菌性を有し、またこれによる染色が優れた染色性も有すること、また食品に添加すれば優れた防腐効果を発現することを見出し、本発明に到達した。本発明は、パセリの乾燥微粉末からなる殺菌性材料を基本発明とし、第2の発明は、この際のパセリ微粉末が140～50メッシュ通過物である殺菌性材料であり、第3の発明は、これを適用したところの、パセリ乾燥微粉末にて染色してなる殺菌性繊維であり、第四の発明は、パセリ乾燥微粉末を添加してなる防腐性食品である。

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

パセリの乾燥微粉末からなる殺菌性材料。

【請求項 2】

パセリ微粉末が140～50メッシュ通過物である請求項1に記載の殺菌性材料。

【請求項 3】

請求項1又は2に記載のパセリ乾燥微粉末にて染色してなる殺菌性繊維。

【請求項 4】

請求項1又は2に記載のパセリ乾燥微粉末を添加してなる防腐性食品。

【発明の詳細な説明】

10

【0001】**【産業上の利用分野】**

本発明は、殺菌性材料及びこれを用いた殺菌性繊維あるいは防腐性食品に関する。詳しくは、天然物を用いた強い殺菌能を安定持続して発現する殺菌性材料及びこれを用いた殺菌性の繊維あるいはこれを添加した防腐性の食品に関する。

【0002】**【従来の技術】**

昨今においては、食品、飲料等の直接食するものに限らず、人間が接触するものは勿論、家電製品やあらゆる分野に殺菌性が要求されてきている。

【0003】

20

食品分野では、代表的にはエタノール、システィン・メチオニン等のアミノ酸由來のもの、アスコルビン酸（ビタミンC）等人体に影響の少ないものが用いられる。食品用途以外では、有機金属化合物やフェノール誘導体等の有機合成化合物、さらには防かび剤となる農薬化合物、さらには抗生物質まで使われている。

【0004】

これらの殺菌剤は、人体及び自然界への影響が懸念されるため、最近は天然物由來のものが望まれており、例えば、ヒノキ、ヒバ等のヒノキ科常緑灌木から抽出されるヒノキチオール類が使用されているが、これには特異な匂い成分の混入が回避困難で、不快な刺激臭を有しており、またその殺菌効果は甚だ乏しい。

【0005】

30

また、繊維分野では、繊維に抗菌性を付与してバクテリヤ等の微生物の生育を防止し、臭気発生や繊維の劣化を防止する抗菌加工が知られている。そのような加工処理としては、錫、亜鉛、銅等の有機金属化合物、フェノール系化合物等をバインダーとともに繊維表面に塗布、熱処理し、固定することによって行われている。また、繊維自体の紡糸前の紡糸原料に銀、銅等の殺菌作用を有するゼオライト粒子を添加混合して殺菌性の繊維を得ることも知られている（特開昭59-133235号公報）。

【0006】

しかしながら後者の方は、紡糸原料の調整まで遡って行わねばならぬという困難に加え、殺菌性粒子が繊維形成中に脱落するといった欠点を有する。また、前者の方法で使用されるものは、有機金属化合物・フェノール系化合物等であり、これらは決して身体健康面に安心して使用できるものではない。

40

【0007】**【発明が解決しようとする課題】**

このように食品や繊維等、あるいはそれ以外の分野において、殺菌性に優れ且つ十分な持続性がある、また天然物由來のもので健康・環境上の観点からも問題がないような新たな殺菌性を付与する材料が望まれている。

【0008】**【課題を解決するための手段】**

本発明者は長年、各種天然物に長年従事した知見から、パセリを微粉碎したものが特に高い殺菌性を有し、またこれによる染色が優れた染色性も有すること、また食品に添加すれ

50

ば優れた防腐効果を発現することを見出し、本発明に到達した。

【0009】

本発明は、パセリの乾燥微粉末からなる殺菌性材料を基本発明とし、第2の発明は、この際のパセリ微粉末が140～50メッシュ通過物である殺菌性材料であり、第3の発明は、これを適用したところの、パセリ乾燥微粉末にて染色してなる殺菌性繊維であり、第四の発明は、パセリ乾燥微粉末を添加してなる防腐性食品である。

【0010】

【発明の実施の形態】

以下において、本発明の実施の形態を具体的に詳しく説明する。

本発明においては、パセリを微粉碎して得たパセリ微粉末が、強い殺菌力を有すること、この殺菌力を微粉碎した微粉末にして使用すること、これが熱にも強く殺菌力の持続性にも優れ、いろいろな用途において殺菌材料として使用可能なことを見出したことにある。

10

【0011】

原料として用いるパセリは、セリ科の2年草で、学名をPetroselinum Conispermumともいうが、いわゆる通称パセリといわれるもの、バースリー、イタリアンバースリー、ハンバーグバースリー、或いはこれら等の改良種、組み替え植物等を含め、この種の類を全て含み、好ましくは、その葉・茎部が用いられる。

【0012】

微粉末としては、その平均の粒径が、篩い標準で140メッシュから50メッシュとするのが好ましい。特に、乾燥したのち微粉碎し、篩いを通過させて粒径の大きさを均一にしたもののが好ましい。篩いメッシュは140メッシュ（粒径0.104mmに相当）から50メッシュ（0.295mm）の範囲からのものが好ましく選ばれ、特には120メッシュ（0.124mm）～80メッシュ（0.175mm）を通過させたものが好ましい。

20

【0013】

パセリを微粉碎する方法は、特に限定されるわけではないが、乾式粉碎するのが好ましく、高速回転粉碎機、ボールミル、攪拌ミル、ジェット粉碎機等が挙げられる。

【0014】

パセリは乾式粉碎して微粉末とされる。かかる微粉末を得るのに特に好適な装置は、上臼と下臼からなり両者を相対的に反転するように回転させ且つ好ましくは下臼を上下動させながら、上臼と下臼との間に乾燥果皮を供給して粉碎する形式の粉碎機である。いわば石臼の原理によって微細な粉末を均一な粒度のものを得ることができ、前述の好ましい粒径メッシュのものが容易に達成されるので好ましい。この形式の粉碎機は、有限会社西鉄工所よりミクロパウダーG-007の製品名で市販されている。

30

【0015】

好ましくは、十分乾燥してから微粉碎処理に供される。乾燥は自然乾燥でも良いし、熱風乾燥等人為的乾燥でも構わないが、十分乾燥させるのが好ましい。水分含有量が30重量%以下、特に5～25重量%にするのが、後述する染色効率の良い微粉末を得る上でも、また保存性の上からも好ましい。

【0016】

このパセリ微粉末は殺菌性材料として、食品に添加して防腐効果を発現さす、紙製品・木製品へ適用しての殺菌・防腐処理等に適用できる。

40

食品としては、各種の食品、加工食品、飲料、香辛料、ドレッシング等の風味剤、人工甘味料、肉製品、ソーセージ・ハム等の肉加工食品、スープ類、海産物製品、魚製品、卵製品等々が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【0017】

パセリ乾燥微粉末の添加量は重量%で0.01から5%程度である。パセリ乾燥微粉末は食品に添加して熱を加えてもその殺菌力は衰えず殺菌効率に優れるのが特徴的である。

【0018】

また、本発明では、このパセリの微粉末を用いて繊維を染色することにより、パセリ固有の緑色に染色され、また、殺菌性に優れた繊維を提供することができる。

50

【0019】

従来から、糸や布等の繊維製品を染めるのに、天然植物から抽出した色素を用いることは広く知られ、種々の天然植物の根、幹、樹皮、葉、花、実等を煎じて抽出された煎汁を染液として使用する。

【0020】

例えば、紫に染めるには、紫草の根から煎じた抽出液を用いて媒染により、赤色に染めるには、茜草の根から熱水で抽出した染液で媒染するか、あるいは、紅花の花びらからアルカリで抽出した染液を用いた直接染法で、また、藍色に染めるには、藍の葉を発酵させたスクモによる還元染法で染色される。黄色に染めるには、きはだ、くちなし、うこん、刈安、やまもも、サフラン、こぶなぐさ、ふくぎ等が用いられ、例えば、きはだは樹皮の内側の鮮黄色の部分の抽出液が使われ、この色素成分はペルベリンという塩基性染料である。

10

【0021】

くちなしは実から熱水抽出して直接染法で染色する。天然植物による染色方法は、植物中から色素成分を抽出した染液を用いるが、個々の植物からの染液に固有な最適な染色条件を、正確に適用して染色する。

【0022】

植物天然染料を用いた染色は、染法も微妙であるが故に複雑で、安定して絶えず所望の色相を得るのが困難である。このような植物天然色素による染色は、色は薄いものが多く、また何回も繰り返し染色しても堅牢な染色が達成されにくく、また染着時間が非常に長かったり、染液が常に均質なものではなく品質の安定性も悪く、安定した染液を得る工程は簡単ではない。

20

【0023】

本発明においては、パセリを微粉碎して得たパセリ微粉末を用いて繊維を染色することにより殺菌性に優れた繊維を提供する。

【0024】

パセリには、緑色系の色素化合物が含まれるが、色素としての機能は弱いので強化しなくては染料としては使えなかった理由の一つである。特に反応性のカルボキシル基やアミノ基等の反応性基を有さないセルロース繊維である木綿や麻は染着しにくい。草木染めは、かかる反応性基を有する蛋白からなる絹繊維を染める歴史でもあって、木綿への適用は難しい場合が多いが、パセリの色素は木綿への染着性はよくなく、今まで十分な鮮明度で染色することは困難であった。

30

【0025】

本発明においては、パセリを微粉碎して微粉末とし、これで染色することにより、染料の抽出効果は極めて大きく、極めて良好な染着性を発現させ、高い殺菌性を発現する。

【0026】

染色は、このパセリ微粉末から染料を抽出した染液に繊維を浸漬して染着させる方法でもよいし、染料を抽出する工程と染着する工程を同時にを行う方法でもよい。染液を作るには、パセリ微粉末を水に入れ沸騰させて20分程度熱煎して煎汁をとる。同じようにこの熱前工程を数回繰り返してもよい。またこの際、灰汁を薄めた水か炭酸カルシウムの例えば5グラム／10リットル程度の水溶液を用いてもよい。

40

【0027】

このようにして作った染液を熱して、繊維を浸漬して10分間程度煮染する。この染液を得る工程で、繊維を浸漬しても染着される。

染色時の温度は常温でも良いが、40～80℃程度に温度で行うのが好ましい。温度が低いと染色に時間が長くかかり過ぎ、80℃を超えると染色操作が難しくなる。

【0028】

煮染した糸または布等の繊維は冷えるまで静置し、水洗乾燥して染色が完了する。煮煎後には必要により媒染をしてもよい。媒染するには、アルミ、スズ、クロム、酸、銅、鉄化合物を数%含有する水の媒染液等が使用でき、通常30分程度媒染する。媒染後は水洗し

50

、再度加熱した染液に煮染してもよい。また特に媒染剤を用いなくとも染色は定着し、その堅牢度も高い。

【0029】

染色を適用する繊維の種類は天然繊維、合成繊維いずれでもよいが、好ましくは木綿等のセルロース繊維、絹繊維、羊毛繊維、ポリアミド繊維、特に綿繊維あるいはその混紡繊維である。繊維の形状は、糸、織物、編み物、不織布、生地、縫製品等が挙げられる。得られる染色物は、風合いに優れた緑色で染まる。予期しなかったことであるが、高い殺菌効果も有し、しかも染色堅牢度も優れるので、今までにない趣を持つ衣料品としての価値が高い。

【0030】

10

【実施例】

本発明の具体的な実施例について説明する。

市販のパセリを、十分乾燥したもの（水分含有量約10重量%）を、回転する上臼と下臼を有する製粉機ミクロパウダーG-107（有限会社西鉄工所社製）を用いて約5分運転して微粉碎して、緑色の細かいパウダー状のパセリ微粉末を得た。これを80℃の熱風で乾燥した。このものを100メッシュのフィルターを通して粒度の揃った微粉末を得た。

【0031】

20

上記パセリ微粉末100グラムを500ミリリットルの水に入れ沸騰させて20分間熱煎して染液を得た。これを冷却して温度70℃に保ちながら木綿白布を10分間浸漬した。冷やして水洗して染色物を得た。

染色物の染色堅牢度の測定結果は以下の通りで、堅牢度は4以上と大変優れた結果を示した。

【0032】

20

洗濯堅牢度 (JIS L0844)

変退色 4-5級、汚染 5級

汗堅牢度 (JIS L0848)

酸変退色 4-5級、汚染 5級

アルカリ変退色 4-5級、汚染 5級

摩擦堅牢度 (JIS L0849)

乾式 5級、湿式 4-5級

水堅牢度 (JIS L0860)

変退色 4-5級、汚染 5級

30

【0033】

また黄色ブドウ状球菌（スタフィロコッカス オーレウス 寄託番号ATCC6538P）を用いた、原品と、JIS L 0217の103号による10回洗濯後の生菌数の比較による抗菌性の試験結果は、以下の通りで、洗濯10回後でも十分な殺菌活性を十分有していた。

【0034】

40

原品	生菌数 20以下	静菌活性値 5.8以上	殺菌活性値 3.1以
----	----------	-------------	------------

上

洗濯10回後	〃 20以下	〃 5.8以上	〃 3.1以
--------	--------	---------	--------

上

【0035】

比較例

実施例と同様にして調整したタケノコの微粉末で染色したものの結果および染色していないナイロン標準白布の結果は以下の通りであった。

【0036】

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-124778

(43)Date of publication of application : 11.05.1999

(51)Int.Cl.

D06P 3/60
D06B 23/00
D06P 1/34
D06P 5/10
D06P 5/22

(21)Application number : 09-292949

(71)Applicant : OKAMOTO KAISOUKEN:KK
SATO KENJI

(22)Date of filing : 24.10.1997

(72)Inventor : OKAMOTO KAIICHIROU
SATO KENJI

(54) DYEING

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a dyeing method in a dyeing field called plant dyeing or ancient dyeing, by which a dyed product good in absorption of dye, excellent in reproducibility of a dyeing degree, and extremely high in fastness in washing is provided, and excellent in mass-productivity and practicality because a dyeing machine can be used.

SOLUTION: This dyeing method for extracting a coloring matter from a natural product and dyeing a thread, a cloth, a sewed product, a nonwoven fabric, etc., made of a cellulosic fiber by the extracted coloring matter comprises powdering the natural product so as to be 20–30 µm, dispersing the obtained powder in a suitable solvent, carrying out a filtering treatment of the dispersed product and dyeing the fiber material by using the filtrate as a coloring material.

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-124778

(43)公開日 平成11年(1999)5月11日

(51)Int.Cl.⁶

D 0 6 P 3/60

D 0 6 B 23/00

D 0 6 P 1/34

5/10

DBB

5/22

識別記号

F I

D 0 6 P 3/60

A

D 0 6 B 23/00

D 0 6 P 1/34

5/10

DBB

5/22

B

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 9 頁)

(21)出願番号

特願平9-292949

(22)出願日

平成9年(1997)10月24日

(71)出願人 593115541

有限会社岡本改創研

兵庫県尼崎市稻葉荘4丁目12番18-408号

(71)出願人 597150946

佐藤 慶次

福井県坂井郡春江町中庄33-30

(72)発明者 岡本 改一郎

兵庫県尼崎市稻葉荘4丁目12番18-408号

有限会社岡本改創研内

(72)発明者 佐藤 慶次

福井県坂井郡春江町中庄第33号30番地

(74)代理人 弁理士 吉井 剛 (外1名)

(54)【発明の名称】 染色方法

(57)【要約】

【課題】 草木染や古代染などと称せられる染色分野において、色素の吸着が良好に行われて染度合の再現性に秀れ、洗濯堅牢度が極めて高く、染色機を使用できるので量産性にも秀れる実用性に秀れた染色方法を提供すること。

【解決手段】 天然物から色素を抽出し、この色素でセルロース系纖維から成る糸、生地、縫製品、不織布などの纖維材を染める染色方法であって、天然物を20~30ミクロンに粉体化し、この粉体を適宜な溶媒に分散せしめてろ過処理し、このろ過通過液を色材として前記纖維材を染色する染色方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 天然物から色素を抽出し、この色素でセルロース系繊維から成る糸、生地、縫製品、不織布などの繊維材を染める染色方法であって、天然物を20～30ミクロンに粉体化し、この粉体を適宜な溶媒に分散せしめてろ過処理し、このろ過通過液を色材として前記繊維材を染色することを特徴とする染色方法。

【請求項2】 天然物から色素を抽出し、この色素でセルロース系繊維から成る糸、生地、縫製品、不織布などの繊維材を染める染色方法であって、染色機に繊維材と水やお湯や鉱泉や海水などの水溶媒とを入れ、その後水酸化ナトリウムなどのアルカリ剤を加えるとともに加温し、その後水洗及び酸による中和処理を行い、その後カチオン化剤及び水酸化ナトリウムなどのアルカリ剤を加えるとともに加温し、その後水洗及び酸による中和処理を行つて繊維材を処理し、この繊維材を、天然物を適宜な溶媒に分散せしめた色材で染色することを特徴とする染色方法。

【請求項3】 請求項2記載の染色方法において、繊維材を染色した後、含銅フィックス剤を添加して媒染処理を行うことを特徴とする染色方法。

【請求項4】 請求項2、3いずれか1項に記載の染色方法において、繊維材を染色した後当該繊維材にアニオニン剤を添加し、加温した後所定時間保持し、その後繊維材を脱水して乾燥し、種々の仕上げ加工を行うことを特徴とする染色方法。

【請求項5】 請求項2～4いずれか1項に記載の染色方法において、天然物として植物の粉体、動物性色素であるコチニール、ヒジキや貝やテングサなどの海中生物の粉体若しくは粘土などの鉱物の粉体を使用することを特徴とする染色方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、天然の色素成分を使用した染色方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 天然の色素成分を使用して繊維を染める古代染や草木染と称せられる染色分野には、従来より下記のような種々の問題点がある。

【0003】 ① 色素の一部しか吸着しないので色素の吸着率が非常に悪い。

【0004】 ② 均齊に染まらなくて斑付きし易く、染度合の再現性がなくて品質の安定性が悪い。

【0005】 ③ 染着時間が非常に長く、しかも手作業で行われているため、染色作業において大変な時間と労力が必要でコストが高くなる。

【0006】 ④ 染色堅牢度が悪い。

【0007】 従つて、天然の色素成分を使用した染め物には、量産化することができず極めて高価であり、しか

も洗濯により簡単に色落ちしてしまう問題点があった。

【0008】 本発明は、上記問題点を解決するもので、色素の吸着が良好に行われて染度合の再現性に秀れ、洗濯堅牢度が極めて高く、染色機を使用できるので量産性にも秀れる実用性に秀れた染色方法を提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】 本発明の要旨を説明する。

10 【0010】 天然物から色素を抽出し、この色素でセルロース系繊維から成る糸、生地、縫製品、不織布などの繊維材を染める染色方法であって、天然物を20～30ミクロンに粉体化し、この粉体を適宜な溶媒に分散せしめてろ過処理し、このろ過通過液を色材として前記繊維材を染色することを特徴とする染色方法に係るものである。

【0011】 また、天然物から色素を抽出し、この色素でセルロース系繊維から成る糸、生地、縫製品、不織布などの繊維材を染める染色方法であって、染色機に繊維材と水やお湯や鉱泉や海水などの水溶媒とを入れ、その後水酸化ナトリウムなどのアルカリ剤を加えるとともに加温し、その後水洗及び酸による中和処理を行い、その後カチオン化剤及び水酸化ナトリウムなどのアルカリ剤を加えるとともに加温し、その後水洗及び酸による中和処理を行つて繊維材を処理し、この繊維材を、天然物を適宜な溶媒に分散せしめた色材で染色することを特徴とする染色方法に係るものである。

20 【0012】 また、請求項2記載の染色方法において、繊維材を染色した後、含銅フィックス剤を添加して媒染処理を行うことを特徴とする染色方法に係るものである。

【0013】 また、請求項2、3いずれか1項に記載の染色方法において、繊維材を染色した後当該繊維材にアニオニン剤を添加し、加温した後所定時間保持し、その後繊維材を脱水して乾燥し、種々の仕上げ加工を行うことを特徴とする染色方法に係るものである。

30 【0014】 また、請求項2～4いずれか1項に記載の染色方法において、天然物として植物の粉体、動物性色素であるコチニール、ヒジキや貝やテングサなどの海中生物の粉体若しくは粘土などの鉱物の粉体を使用することを特徴とする染色方法に係るものである。

【0015】

【発明の実施の形態】 好適と考える本発明の実施の形態(発明をどのように実施するか)を、その作用効果を示して説明する。

【0016】 本発明は、繰り返した実験により得られた効果を請求項としてまとめたものである。

【0017】 ハーブやローズマリーなどの天然物を20～30ミクロンに粉体化し、この粉体を所定の処方に計量し、水やお湯などの適宜な溶媒に分散せしめた後ろ

過処理し、このろ過処理液を色材とする。

【0018】この色材でセルロース系繊維から成る糸、生地、縫製品、不織布などの繊維材を染めると、色素の吸着が良好に行われて染度合の再現性に秀れ、しかも洗濯堅牢度が極めて高い染め物が得られる。

【0019】また繊維材が反物の場合、染色作業は液流染色機などの一般的な染色機で行うことができ（糸物の場合は紹染色機など、また、縫製した製品などの場合はパドル染色機やワッシャー染色機などを使用する。）、染色工程を機械化して量産性を高めることが可能となる。

【0020】

【実施例】本発明の具体的な実施例について説明する。

【0021】使用した染色材、繊維材及び処理機は、染色材：ローズマリーの主に葉を20～30ミクロンに粉体化したもの。（尚、粉体化は（株）ジオット社（粉体研究メーカー）に依頼し、天然物をそのまま粉体化してもらった。）

繊維材：精製セルロース系繊維布（生地）

処理機：密閉型液流染色機である。

【0022】また、繊維材（生地）10kgに対して使用した薬品及び水は、

染色材（ローズマリー粉体）：1kg

水酸化ナトリウム（9.9%）：6kg（水に溶解して300lとする）カチオン化剤：1.5kg（水に溶解して300lにする、15%off）

炭酸ソーダ（9.9%）：6g

酢酸（9.0%）：1.5kg

水酸化ナトリウム（フレーク）：炭酸ソーダ中和用に少量使用

市販含銅フィックス剤：50g（0.5%off）

市販アニオン剤A：300g

市販アニオン剤F：300g

である。

【0023】以下に、本実施例の染色工程について詳述する。

【0024】工程A. 色材の作成工程

ローズマリー粉体1kgを秤量して細かい目のポリエスル製布袋に入れ、袋の口を閉じる。

【0025】一方、染料溶解槽に水20lを入れて40℃まで昇温し、該染料溶解槽に炭酸ソーダ6gを投入して攪拌溶解させる。

【0026】続いて、染料溶解槽の水に前記ローズマリー粉体入りの袋を投入し、水温を60℃まで昇温させ、攪拌しながら所定時間（30分間）色素を抽出する。

【0027】その後、染料溶解槽の水からローズマリー粉体入りの袋を上げ、該袋を軽くしぼって抽出液を染料溶解槽に入れ、該抽出液と前記染料溶解槽の水を混合して所定温度（60℃）の酢酸でpH7に調節する。

【0028】工程B. 色素等吸着促進工程（染色前処理）

密閉型液流染色機に水250lを入れ、更に常法に沿って精練、洗浄した精製セルロース系繊維布（生地）10kgを入れて投入結反し、そのまま10分間所定速度、流量で作動させる。

【0029】続いて、密閉型液流染色機の準備タンクに水20lを入れ、この水に水酸化ナトリウム6kgを溶解し、この水酸化ナトリウム溶液をポンプを使用して10分かけて密閉型液流染色機に投入する。

【0030】続いて、密閉型液流染色機の水を60℃まで昇温し、密閉型液流染色機を作動させたまま30分放置し、水を排水する。

【0031】続いて、密閉型液流染色機内の精製セルロース系繊維布（生地）を十分水洗いし（水250lを使用）、更に酢酸にて中和する。

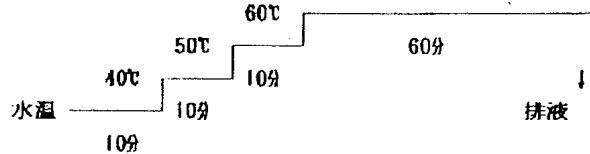
【0032】続いて、再び密閉型液流染色機に水250lを入れ、密閉型液流染色機を作動させる。

【0033】続いて、密閉型液流染色機の準備タンクに水10lを入れ、この水にカチオン化剤1.5kgを溶解し、このカチオン化剤溶液をポンプを使用して15分かけて密閉型液流染色機に投入する。

【0034】続いて、密閉型液流染色機の準備タンクに水20lを入れ、この水に水酸化ナトリウム1.5kgを溶解し、この水酸化ナトリウム溶液をポンプを使用して10分かけて密閉型液流染色機に投入する。

【0035】続いて、密閉型液流染色機の水を下記表1のように60℃まで昇温し、密閉型液流染色機を作動させたまま60分放置し、水を排水する。

30 【表1】



続いて、密閉型液流染色機内の精製セルロース系繊維布（生地）を十分水洗いし、更に酢酸にて中和し、pH試験紙にてpH7を確認する。

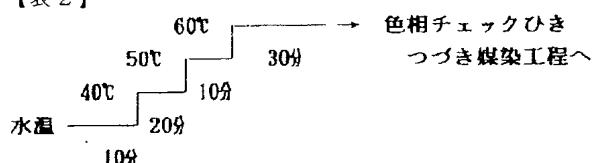
40 【0036】続いて、下記工程Cへ移行する。

【0037】工程C. 染色工程（工程Aで得られた色材を工程Bで得られた繊維材に吸着させる工程）
工程Bに続いて、密閉型液流染色機に水250lを入れ、密閉型液流染色機を作動させる。

【0038】続いて、工程Aで得られた色材20lを常温のまま約15分かけて投入し、そのまま10分間密閉型液流染色機を作動回転させる。

【0039】続いて、密閉型液流染色機の水を下記表2のように60℃まで昇温し、密閉型液流染色機を作動させたまま3.0分放置する。

【表2】



続いて、下記工程Dへ移行する。

【0040】工程D. 媒染処理

市販含銅フィックス剤50gを30°Cのお湯20lに溶解し、フィックス剤溶液を作成する。

【0041】このフィックス剤溶液を、工程Cに続いて密閉型液流染色機に15分かけて投入する。

【0042】続いて、密閉型液流染色機の水を60°Cに維持したまま20分放置して処理し、その後水を排水し、続いて、密閉型液流染色機内の繊維材を十分水洗いする。

【0043】続いて、下記工程Eへ移行する。

【0044】工程E. 後処理

市販アニオンA300g及び市販アニオンF300gを30°Cのお湯20lに溶解し、AF溶解液を作成する。

【0045】工程Dに続いて、密閉型液流染色機に水250lを入れ、密閉型液流染色機を作動させる。

【0046】続いて、密閉型液流染色機に前記AF溶解液を投入し、密閉型液流染色機の水を30°Cに昇温し、そのまま10分放置処理する。

【0047】続いて、排水を行わずに密閉型液流染色機内の繊維材を取り出す。

【0048】続いて、下記工程Fへ移行する。

【0049】工程F. 脱水、乾燥工程

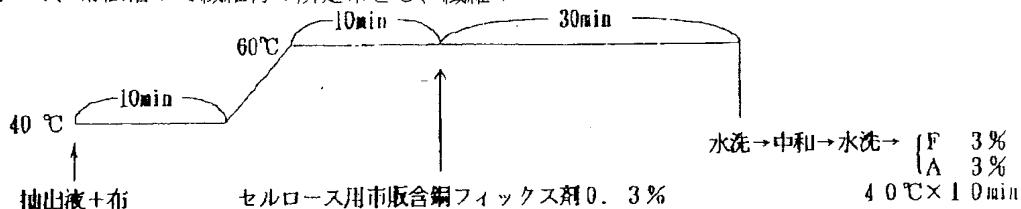
工程Eで得た繊維材を遠心脱水機により脱水し、そのまま拡布乾燥する。

【0050】乾燥温度は100~130°Cの熱風にて行う。

【0051】続いて、下記工程Gへ移行する。

【0052】工程G. 巾出し、仕上げ

工程Fに続いて、常法沿って繊維材の所定巾とし、繊維*



色材を抽出するための天然物は、ローズマリーとあかねとを使用し、粉体／溶媒（水）を1%（重量/v o l）とした（従来法より若干色が濃くなる。）。尚、工程Bを含まない染色工程のものは色の濃さが劣っていたため、粉体／溶媒をローズマリーでは5%，あかねでは3%とした（下記表4参照。）。

【表4】

* 材を仕上げる。

【0053】以上により染色工程を終了する。

【0054】本実施例に係る染色工程により得られた染め物は下記の特徴を有していた。

【0055】① 従来の草木染と比較して色合い良く鮮明に染色されていた。

【0056】② 染色するときに色材濃度が従来に比して低濃度でも従来製品と同様の染め具合とすることができた。これは、天然物を微細化したため天然物の色素成分が極めて良好に抽出され、この抽出された色素が極めて高い吸着率で繊維材に吸着されたからではないかと推測される。

【0057】③ 繊維材が均一に染色されて染めムラも発生せず、温度条件や色材、薬品の濃度などを同一条件とした場合には、再現性が極めて良好で安定した染め具合となっていた。これは、本実施例が品質管理が容易で量産性に適した染色方法であることを示唆している。

【0058】④ 手作業でなく染色機を使用して染色工程を行うことができるため、染色時間が大幅に短縮され、労力も大幅に削減された。

【0059】⑤ 洗濯堅牢度が高く、従来に比して色落ちの度合いが極めて小さくなった。

【0060】⑥ 色材の原料の独特的においがのこり、ローズマリーの代わりにハーブを使用した場合にはやすらぎ感のある香りがした。また漢方薬に使用される薬草を使用した場合には漢方薬成分の吸着が確認された。これは、本実施例により染められた衣料がストレスの解消やアトピー性皮膚炎の治療などの医学的分野に使用され得る可能性を示唆している。

【0061】以下に、本実施例の作用効果の一例として洗濯堅牢度の実験結果について詳述する。

【0062】工程Bを含む染色工程と含まない工程とを採用し、本実施例に準じてセルロース系繊維生地を染色した。尚、工程Cについては下記表3に示したフローチャートに沿って処理を行った。

【表3】

	前処理	未処理
ローズマリー	1%……①	5%……②
あかね	1%……③	3%……④

また、洗濯方法はA-2法により行い、変退色の違いをグレースケールとコンピューターで解析した。

【0063】以下に、実験結果について詳述する。

【0064】グレースケールで汚染を測定した結果、洗濯前ではいずれの場合も5級（優）であったが、洗濯後では①が4級（良）、②が1級（弱）、③が3級（やや良）、④が2級（可）であった。

	L	C	ΔH°	a*	b*	ΔL^*	ΔH°	ΔL	ΔC	ΔE	$\Delta E!$
0	77.841	7.457	96.20	-0.80	7.41						
1	86.358	6.976	92.16	-0.26	6.97	0.50	8.51	-0.48	8.54	1.42	

COLOR DIFFERENCE

* 【0065】また、コンピューターによる解析結果を下記表5～8に示す。尚、表中においてSに“1”マークが近い程に色相差が少ないと示している。

【表5】

終	0	拡大	+
印刷	1	縮小	-

C 光源2度視野

鮮明

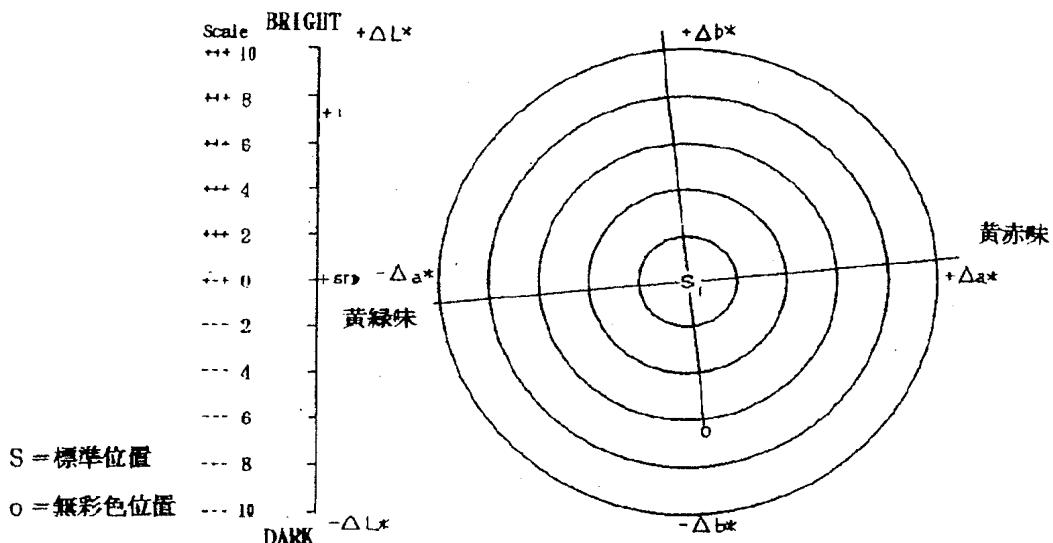


表5は①の解析結果である。

【表6】

	(6)								特開平11-124778	
	L	C	ΔL^*	a^*	b^*	Δa^*	Δb^*	ΔC	ΔE	ΔE_1
O	78.980	17.252	91.95	-0.58	17.24					
I	81.291	14.989	90.34	-0.09	14.98	0.45	2.31	-2.26	3.26	2.34

COLOR DIFFERENCE

終 0 拡大 +

印刷 1 縮小 -

C 光源2度視野

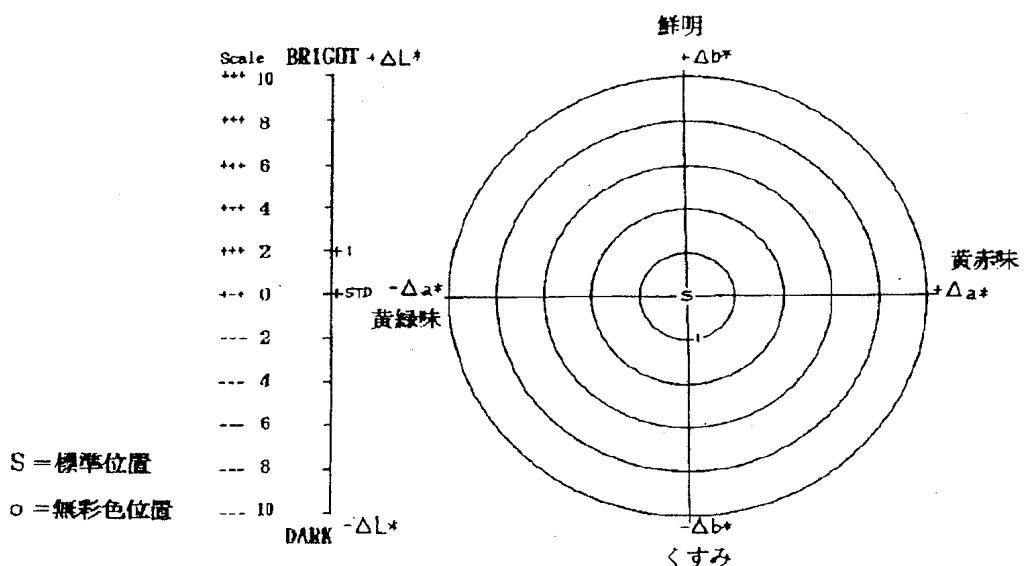


表6は②の解析結果である。

【表7】

(7) 特開平11-124778

	L	C	ΔE^*	a*	b*	ΔL	ΔC	ΔE	ΔE^*
0	76.323	12.806	29.91	11.10	6.38				
1	79.544	9.642	13.08	9.39	2.18	3.25	3.22	-3.16	5.56

COLOR DIFFERENCE

終 ----- 0 拡大 ----- +

印刷 ----- 1 縮小 ----- -

C 光源2度視野

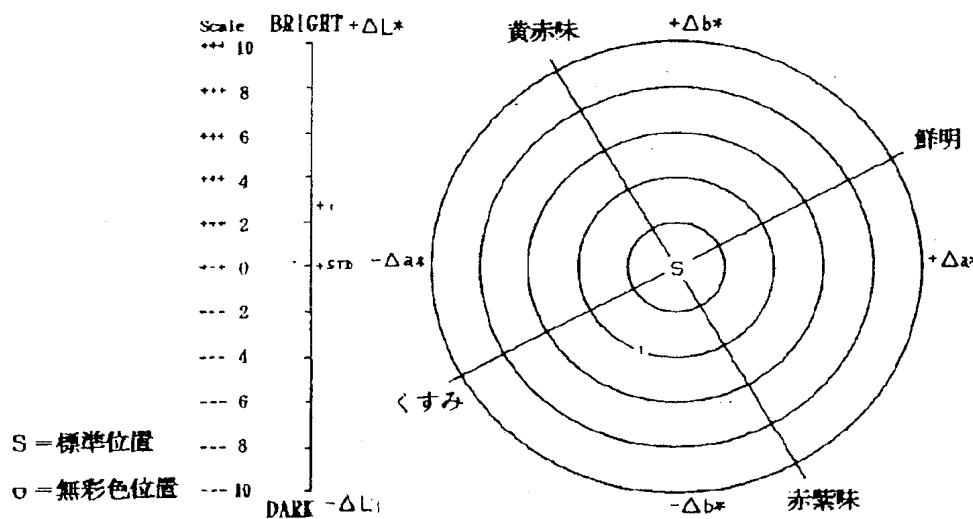


表7は③の解析結果である。

【表8】

13	L	C	ΔH°	a*	b*	ΔL	ΔC	ΔE	$\Delta E!$
O	73.901	13.572	22.29	12.55	5.14				
	81.345	7.843	30.52	6.75	3.98	1.47	7.44	-5.72	9.50 6.57

COLOR DIFFERENCE

終 0 拡大 +

印刷 1 縮小 -

C 光源2度視野

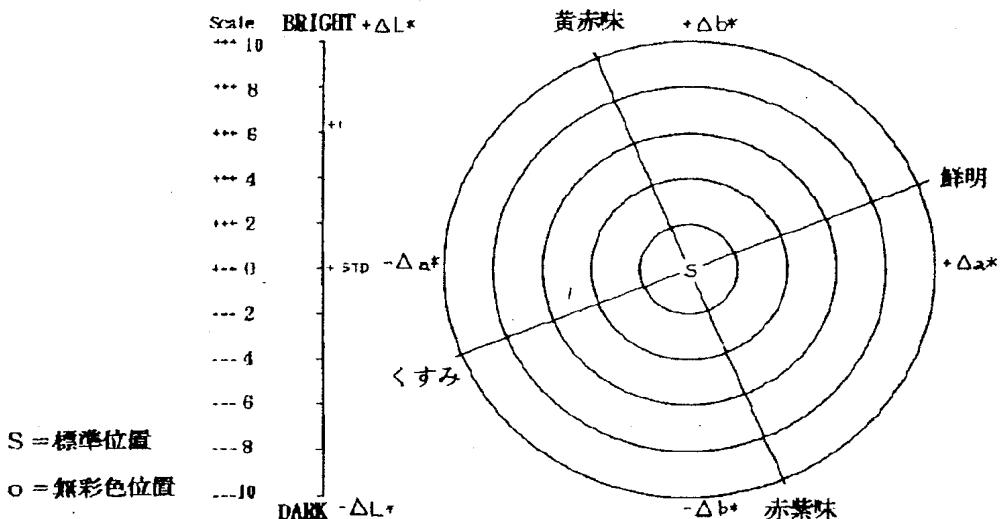


表8は④の解析結果である。

【0066】以上のように、コンピューターによる解析結果も工程Bを行ったもの(①, ③)が工程Bを行わなかつたもの(②, ④)より色落ちの度合いが少なかつた。

【0067】従つて、本実施例に係る染色方法で染められた纖維材が、秀れた洗濯堅牢度を有することが証明された。

【0068】尚、発明者は、ハーブやローズマリーなどの植物系の天然物の他に、動物性の色素であるコチニール、ヒジキや貝やテングサなどの海中生物類、粘土などの無機及び有機系鉱物などで実験を行つた場合においても、纖維材を良好に染めることができることを確認している。

【0069】また、天然物を粉体化することにより色素の抽出速度が早くなつて染色スピードが従来例の約5～7倍になるとともに色相の濃染化を達成することができたが、天然物を粉体化せざるとも本実施例に係る染色方法で染めた纖維材は秀れた洗濯堅牢度を有していた。これは、本実施例が、カチオン化剤やアニオン剤などを適切な薬品を使用して適切な手順に沿つて添加しているためと考察される。

【0070】また、本実施例では纖維材として反物を使つていて、染色機は液流染色機を使用したが、その他の反物を染めるための一般的な染色機を使用しても良く、また、糸物の場合では紹染色機を使用したり、製品の場合ではパドル染色機やワッシャー染色機などを使用したりしても纖維材を染色することができる。また、細かい模様を手描きで付けることも可能で、手描き→乾燥→蒸す→洗う→乾燥のように定法に沿つて部分的に色違ひの模様を付けることもできる。

【0071】また、木材の表面やセロハンや建築資材などのセルロース系の纖維材についても本実施例に係る染色方法により染色できることが確認されており、しかも、漢方薬成分などの天然物に含有される各種の化学物質が吸着されることも確認されている。

【0072】また、本実施例においては染色機にはお湯や水を入れて染色したが、海水や温泉(鉱泉)を使用して実験したところ、お湯や水を使用した場合と異なる独特的の色相が現出することとなり、色相のバリエーションが豊富となつてより一層商品価値の高い纖維材を得ることができることも確認している。

【0073】【発明の効果】本発明は上述のようにするから、天然物

の色素を使用しているにもかかわらず纖維材に色素の吸着が良好に行われて染度合の再現性に秀れる実用性に秀れた染色方法となる。

【0074】請求項2、3、4記載の発明においては、薬剤の使用や処理工程を適切に行って纖維材を染色するから、纖維材に色素の吸着が良好に行われて染度合の再現性に秀れ、品質管理が容易で量産性に秀れ、洗濯堅牢度が極めて高く耐久性に秀れるなど極めて実用性に秀れた染色方法となる。

【0075】また、染色機を使用して染色することがで

きるから、染色時間が大幅に短縮されるとともに労力も大幅に削減され、連続作業により大量生産することも可能となるなど極めて量産性に秀れた染色方法となる。

【0076】請求項5記載の発明においては、天然物として入手し易い植物の粉体などを使用して纖維材を染色するから、低コストでありながら様々なバリエーションの色材で纖維材を染色することができ、しかも、伝統的な天然染の分野にも対応して高い生産性及び量産性で天然染を行うことができるより一層実用性に秀れた染色方法となる。